

Szilárdoldatú és tútelített
alumíniumötvözetek
képlékeny tulajdonságai,
különös tekintettel az alakítási
instabilitásokra

Horváth Győző

Témavezető: Dr. Nguyen Quang Chinh, egyetemi docens
fizikatudomány kandidátusa



ELTE TTK Fizika Doktori Iskola

Iskolavezető: Dr. Horváth Zalán, egyetemi tanár

Anyagtudomány és Szilárdtestfizika Program

Programvezető: Dr. Lendvai János, egyetemi tanár

Eötvös Loránd Tudományegyetem

Természettudományi Kar

Fizikai Intézet

2008

Tartalomjegyzék

Bevezetés	1
1. Irodalmi áttekintés	3
1.1. Ötvözőatomok hatása az alapfémek szilárdsági tulajdonságaira .	3
1.1.1. Szilárdoldatos keményedés	4
1.1.2. Kiválásos keményedés	6
1.2. Túltelített szilárdoldatok szétesésének folyamata	7
1.2.1. Kiválásos folyamatok a túltelített Al-Zn-Mg(-Cu) ötvö- zetrendszerben	8
1.3. A mikroszerkezet fejlődése szilárdoldatokban képlékeny alakvál- tozás során	12
1.3.1. Ötvözőatomok hatása a deformált anyag mikroszerkezetére	12
1.3.2. Diszlokációevolúciós modellek	14
1.4. Ötvözőatomok dinamikai hatása – alakítási instabilitások	15
1.4.1. Plasztikus instabilitások osztályozása	16
1.4.2. Portevin–Le Châtelier-effektus; fenomenológiai leírás . .	18
1.4.3. A Portevin–Le Châtelier-effektus értelmezése	22
1.4.3.1. Fenomenológiai makroszkopikus modell	22
1.4.3.2. A Portevin–Le Châtelier-effektus mikroszerkeze- ti háttere	24
1.4.3.3. A Kubin–Estrin-modell	26
1.4.3.4. A sokdiszlokációs modellek	28
1.4.4. A Portevin–Le Châtelier-effektus ötvözőkoncentráció-füg- gésére vonatkozó korábbi eredmények	32
1.4.5. Plasztikus instabilitások mélységérzékeny mikrokemény- ség-mérések során	33
1.5. A dolgozat célkitűzései	35

2. Vizsgálati módszerek és vizsgált anyagok	36
2.1. Vizsgálati módszerek	36
2.1.1. Egytengelyű homogén deformációk	36
2.1.2. Mélységérzékeny mikrokeményiség-mérés	38
2.1.3. Kisszögű röntgenszórás	40
2.2. Vizsgált anyagok és előkészítésük	42
2.2.1. Stabil szilárdoldatok: Al–Mg ötvözetek	42
2.2.2. Túltelített ötvözetek: az Al–Zn–Mg ötvözetcsalád	43
3. Saját eredmények	45
3.1. Ötvözőatomok hatása szilárdoldatú Al–Mg ötvözetek mechanikai tulajdonságaira, a Portevin–Le Chatelier-effektus ötvözőkoncentráció-függése [S3, S4]	45
3.1.1. Mg adalék hatása a képlékeny alakváltozás jellemzőire dinamikus mikrokeményiség-mérés során	45
3.1.1.1. Az ötvözőkoncentráció globális hatása a szilárd-ságra	46
3.1.1.2. Az ötvözőkoncentráció lokális hatása: alakítási instabilitások	47
3.1.2. A képlékeny alakváltozás jellemzői egytengelyű összenyomás során	52
3.1.2.1. A koncentráció hatása a plasztikus tulajdonságokra	52
3.1.2.2. A feszültségsebesség hatása a plasztikus tulajdonságokra	57
3.1.3. A dinamikus mikrokeményiség-mérés és az egytengelyű összenyomás során kapott kísérleti eredmények összehasonlítása	60
3.1.4. A $\Delta\sigma$ és ΔHV közötti kapcsolat – „Tabor-formula” a plasztikus instabilitásokra	64
3.1.5. A koncentrációfüggés értelmezése a Kubin–Estrin-modell segítségével	67
3.1.6. A Kubin–Estrin-modell módosítása	74
3.1.7. Összefoglalás	80

3.2. Ötvözőatomok hatása a mikroszerkezet fejlődésére képlékeny alakváltozás során [S2, S6]	82
3.2.1. Diszlokációsűrűségek meghatározása a plasztikus instabilitások jellemzőiből	83
3.2.2. Diszlokációsűrűségek meghatározása a képlékeny alakváltozás fő mechanizmusai alapján	85
3.2.3. Magnéziumadalék hatása a diszlokációsűrűségek fejlődésére Al–Mg ötvözetek képlékeny alakváltozása során . . .	90
3.2.4. Összefoglalás	92
3.3. Kiválások hatása a túltelített Al–Zn–Mg ötvözetek képlékeny alakváltozására [S1, S5]	93
3.3.1. Kiválási folyamatok hatása a plasztikus tulajdonságokra dinamikus mikrokeménység-mérések során	93
3.3.1.1. A szobahőmérsékleti hevertetés – önnemesedési folyamatok – hatása a globális keménységre . . .	93
3.3.1.2. Az önnemesedés hatása a plasztikus instabilitásokra benyomás során	95
3.3.1.3. A benyomódás során fellépő plasztikus instabilitás statisztikai leírása	97
3.3.1.4. A kísérleti eredmények értelmezése	101
3.3.2. Guinier–Preston-zónaképződés korai szakaszának kinetikája	102
3.3.2.1. A Guinier–Preston-zónák mérete és térfogati hányada	102
3.3.2.2. A Guinier–Preston-zónaképződés kinetikájának szakaszai	107
3.3.3. A képlékeny alakításra vonatkozó és a mikroszerkezeti eredmények összevetése	112
3.3.4. Összefoglalás	114
Összefoglalás	116
A szerző témához kapcsolódó publikációi	119
Irodalomjegyzék	120
Köszönetnyilvánítás	133

Bevezetés

A rohamosan fejlődő ipari ágazatok, főleg a járművek (repülőgép, gépkocsi) előállítására egyre újabb igényeket támaszt a felhasználandó anyagokkal szemben. Elsősorban a felhasznált fémek szilárdsági paramétereinek növekedését célozzák meg a gyártók. Ezzel együtt a gazdasági és környezetvédelmi szempontoknak megfelelően az alkalmazható alapanyagok skálájának szélesítését is elvárják. Ez az egyik fontos oka annak, hogy az utóbbi évtizedekben óriási kutatómunka folyik annak érdekében, hogy újabb és újabb, a kitűzött céloknak jobban megfelelő anyagokat állítsanak elő, valamint jobban és részletesebben megismerjük azokat a folyamatokat, amelyek a fémek szilárdságnövelő mechanizmusaival kapcsolatosak. Ez a két kutatási terület szorosan kapcsolódik egymáshoz és feltételezi egyik a másikat. Az ipari fejlesztések felhasználják és újabb igényeikkel ösztönzik az anyagtudományt, amely egyre mélyebbre hatol a mikroszkopikus folyamatok feltérképezésében. Ennek az aprólékos, részletekbe menő kutatásnak a célja az, hogy a belső folyamatok minél jobb megértésével az anyagok mechanikai tulajdonságait kedvező irányban tudják befolyásolni, úgy, ahogy az az alkalmazások különböző területén szükséges.

Ebben a kutatási és felhasználási versenyben igen nagy a jelentősége a különböző alumíniumötvözeteknek. Maga a tiszta alumínium nem rendelkezik túlságosan jó mechanikai, szilárdsági tulajdonságokkal, de ötvözeteknek nagyon nagy szerep jut az ipari felhasználás terén. Kétkomponensű Al-ötvözetek felhasználása majdnem egyidejű az alumínium felhasználásával, az Al-Zn-Mg ötvözeteket azonban csak a 20. század elején kezdték el használni, s kiváló mechanikai tulajdonságai miatt hamar megkezdődtek a vele kapcsolatos alapkutatások, amelyek még ma is folynak. Ezek elsősorban a mikroszerkezeti mechanizmusok feltérképezését tűzték ki célul. A mélyebb struktúrában lezajló folyamatok ismerete

különösen fontos, ha az alkalmazások számára a legkedvezőbb mechanikai tulajdonságú ötvözeteket szeretnénk előállítani.

Ötvözőatomok jelenléte a mátrixban – a szilárdságnövelő hatás mellett – bizonyos körülmények között az alakítási folyamat makroszkopikus szinten jelentkező instabilitását vonhatja maga után. Ez a jelenség már közel egy évszázada ismert, mégis napjainkban is intenzív kutatások tárgyát képezi. Ipari felhasználások szempontjából ez a jelenség kerüendő, mivel az instabilitási folyamat a képlékeny alakváltozás erőteljes lokalizációjával, ún. csúszási sávok megjelenésével jár, amely nem kívánt felületdurvulást eredményezhet fémlemezek előállítása során, ráadásul csökkenti az alakíthatóság határát. Az alakítási instabilitási jelenség megismerése azonban nemcsak ipari szempontból fontos, hanem különösen érdekes az alapkutatás számára is, hiszen a jelenség vizsgálata és magyarázata olyan alapvető mikroszerkezeti összefüggéseket tárhat fel, amelyek az anyagtudomány számos egyéb területére is kiterjedő következményekkel járhatnak.

Dolgozatomban az ötvözőatomoknak a mikroszerkezetre és a képlékeny alakváltozásra gyakorolt hatását vizsgáltam szilárdoldatú és túltelített alumínium-ötvözetekben. A dolgozat első részében a témához tartozó, aktuális szakirodalmat tekintem át. Ezt követően ismertetem az alkalmazott mérési módszereket és vizsgált anyagcsaládokat. A legnagyobb részben a saját kutatási eredményeimet ismertetem. Szilárdoldatok esetében az Al-Mg modellötvözeteken keresztül tanulmányoztam az ötvözőatomok hatását az anyagnak mind globális, mind pedig lokális viselkedésére. A lokális viselkedésként alakítási instabilitási jelenséget mutató ötvözetekben az instabilitási effektus ötvözőkoncentráció-függését vizsgáltam és modelleztem. A túltelített ötvözetek esetében azt tanulmányoztam, hogy Al-Zn-Mg szilárdoldatok szétesésekor megjelenő kiválások milyen kinetika szerint képződnek, illetve milyen hatással vannak ezek a kiválások az ötvözetek képlékeny alakváltozására. A dolgozat végén eredményeim összefoglalása, ezekhez kapcsolódó saját publikációk, valamint az irodalmi hivatkozások találhatók.

1. fejezet

Irodalmi áttekintés

A fémek rácsszerkezetét figyelembe véve a képlékeny alakváltozás a rácspan lévő vonalmenti hibák, az ún. diszlokációk mozgása révén valósul meg. A diszlokációk mozgását a kristályban jelenlévő, különböző minőségű akadályok befolyásolják, ezzel jelentősen változtatva a fémek mechanikai jellemzőit. Az egyik legelterjedtebb módszer akadályok mesterséges bevitelére, és így a képlékeny tulajdonságok módosítására az ötvöztetés, melynek során két vagy több fémet elegyítünk egymással.

A tiszta fém alaplátra kerülő ötvöztetőatomok hatását több szempontból elemizzük. Először az ötvöztetőknél a globális szilárdságra gyakorolt hatását, majd a túltelített szilárdoldatok szétesésének folyamatát tekintjük át, kiemelve a szobahőmérsékleten történő kiválási folyamatok kinetikáját. Ezt követően a mikroszerkezetnek a képlékeny deformáció során bekövetkező alakulásáról lesz szó röviden. Végül az ötvöztetőatomok hatására bekövetkező jellegzetes képlékeny alakváltozás, az ún. alakítási instabilitások kerülnek részletes bemutatásra.

1.1. Ötvöztetőatomok hatása az alaplémek szilárdsági tulajdonságaira

A fémek mechanikai tulajdonságai jelentősen befolyásolhatóak ötvöztetőatomok hozzáadásával. A szilárdsági és képlékenységi paraméterek igen széles skálán mozognak az ötvöztető mennyiségének, jellegének és eloszlásának függvényében. Ha az oldott atomok mennyiségét úgy határozzuk meg, hogy azok az alap-

fém mátrixában atomi szinten egyenletesen oszlanak el, és semmiféle kiválási folyamat nem indul meg, akkor az idegen atomok az alapfémmel szilárdfázisú oldatot, ún. szilárdoldatot képeznek, ezzel jelentősen növelve a folyáshatárt. Ezt hívják szilárdoldatos keményedésnek [1]. Ha viszont az ötvözőkoncentráció meghaladja az oldhatósági határt, akkor az alapmátrixban valamilyen szilárdfázisú reakció eredményeként keletkező kiválások formájában vannak jelen, ilyenkor a szilárdságnövelő hatást az ún. kiválások keményedés váltja ki [2, 3].

Az ötvözes szilárdságnövelés jelentőségét mutatja, hogy amíg egy jól hőkezelt tiszta fém τ csúsztatófeszültség és μ nyírási rugalmassági modulusz hányadosaként kapott redukált folyáshatára, $\tau/\mu \approx 10^{-4}$, ezt az értéket egy szilárdoldat ötvözeté egy nagyságrenddel, egy részecskékkel keményített ötvözeté több mint két nagyságrenddel meghaladhatja [2]. Bármilyen módszerrel érjük is el a szilárdságnövekedést, azt mindig valamilyen diszlokációmozgást akadályozó kölcsönhatás okozza, aminek eredményeképpen a képlékeny alakváltozás nagyobb feszültségnél indul meg. A szilárdságnövekedés elméleti leírása az alábbi lépések figyelembe vételével történhet: először *egy* diszlokáció és *egy* akadály közötti kölcsönhatást kell megvizsgálni, aztán *egy* diszlokáció és *sok* akadály kapcsolatát kell megnézni, ezt követően azt kell megfontolni, hogy *sok* diszlokáció *sok* akadállyal való kapcsolata hogyan vehető figyelembe, végül pedig azt, hogy polikristályok esetén az adódó formula hogyan alakul. Az utolsó két lépés tipikusan valamilyen statisztikai jellegű összegzésből áll.

1.1.1. Szilárdoldatos keményedés

Szilárdoldatos keményedésnél a folyáshatár-növekedés a diszlokáció–oldott atom kölcsönhatásokból fakad. Ezek közül általában az *elsőrendű mérethatás* a leglényegesebb, amely a diszlokáció és az oldott atom körül kialakuló rugalmas elmozdulásterek kölcsönhatásának következménye. Az elemi kölcsönhatások között másodrendű effektusként szokták még figyelembe venni a *másodrendű mérethatást*, melynél a rugalmas deformációk és feszültségek közötti összefüggést a lineárisnál magasabb rendű közelítéssel írják le, a *moduluszhatást*, mely abból adódik, hogy az oldott atom a környezetében a rugalmas állandók értékét is megváltoztatja, az *elektromos kölcsönhatást*, mely az alapfémek alkotó atomok vegyértékétől eltérő vegyértékű oldott atomok esetében lép fel, és végül az

ötvözőatomok és a kiterjedt diszlokációkhoz tartozó rétegződési hiba kölcsönhatásából származó *kémiai kölcsönhatást*. Ez utóbbiak általában lényegesen jelentéktelenebbek az elsődrendű rugalmas kölcsönhatásokból származó effektusnál.

A szilárdoldatos keményedés mechanizmusára vonatkozóan kezdetben két alapvető elképzelés alakult ki. Mindkettő arra kereste a választ, hogy vajon a τ_c kritikus csúsztatófeszültség hogyan függ az ötvözőanyagok koncentrációjától. A Fleischer [4] és Friedel [5] által kidolgozott elmélet szerint a diszlokációk mozgását akadályozó oldott atomok külön-külön, egyenként lépnek kölcsönhatásba a mozgó diszlokációkkal, és mint pontszerű, elszigetelt akadályok fejtik ki hatásukat. Az oldott atomok által a tiszta mátrixhoz képest okozott többlet kritikus csúsztatófeszültséget az ötvözőanyag C koncentrációja függvényében a modell a következőképpen adta meg:

$$\tau_c \sim C^{1/2}. \quad (1.1)$$

A másik elképzelés Mott, Nabarro és Labusch nevéhez fűződik. Elméletük [6,7] szerint egy-egy diszlokáció a körülötte statisztikusan elhelyezkedő ötvözőatomok hosszu hatótávolságú feszültségtérében helyezkedik el. A diszlokációt véletlenszerűen körülvevő ötvözőatomok feszültségtere a diszlokáció két oldalán egymással ellentétes irányú erőket fejt ki, amelyek külső feszültség hiányában kiegyenlítik egymást, és a diszlokáció egyensúlyba kerül. Külső feszültség hatására a diszlokáció kimozdul ezen lokálisan stabil egyensúlyi helyzetből, és így az ötvözők által a diszlokációra ható erők eredője ellentétes lesz a külső erőkből származó csúsztatófeszültséggel, ami a diszlokációmozgás akadályoztatását eredményezi. Az ebből származó folyáshatár-növekedésre a következő eredményt kapták:

$$\tau_c \sim C^{2/3}. \quad (1.2)$$

További elméleti vizsgálatai alapján Nabarro [8] dolgozott ki egy egységes elméletet a szilárdoldatos keményedésre. Ebben a diszlokáció-ötvöző kölcsönhatás természetét behatóan vizsgálva megmutatta, hogy a külső feszültség hatására kihajló diszlokációs szakasz az oldott atomok minőségétől és koncentrációjától függően különböző számú atommal lép egyszerre kölcsönhatásba. Vizsgálatainak eredménye és érdeme, hogy egységes elméletéből határesetekként adódik a fenti két közelítés eredménye híg ((1.1) egyenlet) és nagyobb koncentrációjú szilárdoldatok ((1.2) egyenlet) esetében.

A kísérleti eredményekkel való összevetés azt mutatja, hogy a $2/3$ -os hatványkitevő jobban írja le a szilárdoldatos keményedést, mint az $1/2$ -es. Ez azt jelenti, hogy az oldott atomok által mozgásában akadályozott diszlokáció egy-egy elemi lépés során nem egyes, elszigetelt ötvözőkről szakad le, hanem egyszerre nagyszámú ötvöző feszültségteréből szakad ki, hogy aztán ismét sok ötvöző együttes feszültségterével kölcsönhatásba kerülve újra elakadjon.

1.1.2. Kiválások keményedés

Kiválások – vagy általában idegen fázisú részecskék – jelenlétében a kristály folyáshatára jelentős mértékben megnőhet. A kiválások keményedés elméleti leírásánál a kiválásoknak a diszlokációkkal való kölcsönhatását kell megvizsgálni. A folyáshatár növekedésének mértéke többek között a részecskék erősségétől, szerkezetétől, méretétől és eloszlásától függ. Ezen részecskéknek koherenciájától és erősségétől függően egy diszlokáció alapvetően kétféle mechanizmussal képes átjutni az akadályokon.

Inkoherens, erős részecskék határfelületén a mozgó diszlokáció nem képes áthaladni, ezeket az ún. Orován-mechanizmus segítségével hagyja maga mögött. Ennek során a külső feszültség hatására a diszlokációk kihajlanak és a részecskék körüli diszlokációgyűrű hátrahagyásával haladnak tovább. A merev kiválások által okozott $\Delta\sigma$ makroszkopikus folyáshatár-növekedést az inkoherens részecskék f térfogati hányada és az R átlagos részecskeméret függvényében a $\Delta\sigma \sim \sqrt{f}/R$ kifejezés adja meg [2].

Koherens és kevésbé erős részecskék esetén a diszlokáció képes behatolni a kiválásokba, és mintegy átvágja azokat. Ezt nevezik átvágási mechanizmusnak, mely során a csúszósíkban áthaladó diszlokációk sokasága elcsúsztathatja egymáshoz képest a részecskéknek a csúszósík két oldalán elhelyezkedő részeit. Az átvágható kiválások által okozott folyáshatár-növekedésre a fenti mennyiségek függvényében a $\Delta\sigma \sim \sqrt{fR}$ kifejezést kapjuk [2].

1.2. Túttelített szilárdoldatok szétesésének folyamata

A fejezet elején az oldékonyság feltételeinek tárgyalásakor már említettük, hogy ha az ötvözőkoncentráció az oldhatósági határnál kisebb, akkor az ötvözőatomok egyenletesen oszlanak el az alapfém mátrixában; ez a szilárdoldat állapot. Ha azonban az oldhatósági határokon átlépünk, akkor az alapfém nem képes teljes mértékben feloldani az ötvözőatomokat, így azok valamilyen kiválás formájában jelennek meg a mátrixban. Az oldhatósági korlátok a hőmérséklet függvényében általában növekednek, így egy adott koncentrációjú ötvözetnél megfelelő hőmérsékletre felfűtve az anyagot újra szilárdoldat állapot állhat elő. Ezt a folyamatot nevezik oldó- vagy homogenizáló hőkezelésnek. Edzés során, azaz hirtelen visszahűtve az anyagot olyan hőmérsékletre, ahol sokkal kevesebb idegen atomot képes oldani az alapfém, ún. túttelített állapot jön létre. Mivel a túttelített állapot szabadenergiája nagy, ettől a rendszer úgy próbál szabadulni, hogy az oldott atomok kisebb szabadenergiájú kiválásokban rendeződnek, megindul a túttelített szilárdoldatok szétesése.

A szétesés (dekompozíció) rendszerint összetett folyamat, mely több lépésben mehet végbe. A kiválások létrejöttéhez az alapfém mátrixában ún. nukleuszok keletkezése szükséges. Ezek köré a magok struktúrájának megfelelően további ötvözőatomok épülnek. A magok megjelenése véletlen események következménye, melyeknek valószínűségét többek között az oldott atomok mennyisége és a vakanciakoncentráció határozza meg. A túttelített rendszer legkisebb szabadenergiájú állapotát az ún. *egyensúlyi fázis* jelenléte biztosítja, azonban ennek kialakulása általában magasabb szabadenergiájú, de az alpmátrixszal koherensebb szerkezetű fázisokon, az ún. *Guinier-Preston* (GP)-*zónák*on vagy más *metastabil fázisok*on keresztül vagy ezekkel együtt történik [9,10]. Ez utóbbi fázisok megjelenése szerkezetükből adódóan kisebb aktiválási energiával elérhető, és így alacsonyabb hőmérsékleten nagyobb valószínűséggel következik be.

A GP-zónák önálló szerkezettel nem rendelkező, a mátrixszal tökéletesen koherens, oldott atomokban gazdag fürtök, amelyek igen finom eloszlásban jönnek létre az alpmátrixban. Képződésük sebességét az edzéssel befagyasztott többlet vakanciák jelenléte nagymértékben befolyásolja. A metastabil kiválások általában sokkal nagyobbak, mint a GP-zónák, és sokszor csak részlegesen ko-

herensen vagy inkoherensen illeszkednek a mátrixhoz. Összetételük és kristályszerkezetük határozott, csak csekély mértékben tér el az egyensúlyi fázisétól. Bizonyos ötvözetekben stabil GP-zónákból is kialakulhatnak, míg másokban a nukleáció kristályhibákon, pl. szemcsehatárokon vagy diszlokációkon történik. A diszlokációknak eleve nagy szerepe van a nukleációs folyamatokban, mivel az oldott atomokkal való vonzó kölcsönhatásuk következtében a diszlokáció körül lokálisan megnövekszik az ötvözőkoncentráció, így megnő a magok kialakulásának valószínűsége is. A végső egyensúlyi fázis kialakulása során teljesen elveszíti az alapráccsal szembeni koherenciáját. Csak magas hőmérsékleten képződik, s mivel általában durva eloszlású, kisebb szilárdságot eredményez [11].

Kiválások jelenléte az alapmátrixban jelentősen befolyásolja az anyag mechanikai tulajdonságait. Az idegen fázisok jelenléte hatással van a szemcseszerkezetre, szemcsehatárok mozgására, növeli a törési szívósságot és a korrózióval szembeni ellenállást, a kiválások keményedés révén az anyag folyáshatára több nagyságrenddel nagyobb lehet a tiszta fém esetében mért értéknél [10]. Mivel a megjelenő idegen fázisok mérete és térfogati eloszlása a szétesés során időben változik, a mechanikai tulajdonságok is idővel javulhatnak. Az ilyen ötvözeteket ezért önnemesedő ötvözeteknek is szokás hívni.

1.2.1. Kiválások folyamatai a tútelített Al–Zn–Mg(–Cu) ötvözetrendszerben

Az Al–Zn–Mg ötvözetcsalád fontos szerepet játszik ipari alkalmazásokban a viszonylag kis sűrűség mellett megnyilvánuló kiemelkedő mechanikai tulajdonságainak köszönhetően (pl. magas folyásfeszültség). A kiváló mechanikai paramétereket az önnemesedés folyamata során éri el az anyag. Az e mögött álló szétesési folyamatokat alaposan tanulmányozták Al–Zn–Mg és Al–Zn–Mg–Cu ötvözetek esetén, és a folyamat az alábbiakban foglalható össze [10]:

$$\begin{aligned} \text{tútelített } \alpha &\rightarrow \alpha + \text{GP-zónák} \rightarrow \alpha + \eta' \rightarrow \alpha + \eta \\ \alpha &\rightarrow \alpha + T' \rightarrow \alpha + T. \end{aligned}$$

Az α jelöli a szilárdoldatot, az egyensúlyi fázisok az ötvözet összetételének függvényében az η vagy a T . Az η egy MgZn_2 összetételű kétalkotós intermetallikus

fázis, míg a T egy $(\text{Al}, \text{Zn})_{49}\text{Mg}_{32}$ sztöchiometriával rendelkező intermetallikus vegyület, az η' és T' az előbbiek metastabil fázisai.

Az η és T fázisok kristályszerkezete erősen eltér az alaprácsétól, emiatt csak igen nagy kritikus nukleuszméret elérése után alakulnak ki, így diszperzitásuk nagyon alacsony, az ötvözet mechanikai tulajdonságait csak gyengén befolyásolják. Az önnemesedő folyamat során a javuló szilárdsági paramétereket a GP-zónák és az η' fázis keletkezésével kapcsolják össze. A szilárdsági maximumot diszperz eloszlású η' fázisú kiválásoknak tulajdonítják. A kialakult kiválások mérete és eloszlása függ az edzés hőmérsékletétől és a mesterséges öregítés (nemesítő hőkezelés) hőmérsékletétől és időtartamától, illetve a nemesítő eljárások lépéseitől.

Az oldó hőkezelést és edzést követően kialakult tútelített szilárdoldat szétesése szobahőmérséklet környékén GP-zónák keletkezésével történik. A zónának tulajdonítható a mechanikai tulajdonságoknak a tiszta alumíniumhoz képest bekövetkező jelentős javulása még ilyen alacsony nemesítő hőmérsékleteken is. A zónák kialakulása az edzés után azonnal létrejövő koncentrációinhomogenitásoknak köszönhető, amelyek megjelenése a homogén szilárdoldatban nagyon gyorsan megy végbe szobahőmérsékleten is, jelentős változásokat okozva a mechanikai tulajdonságokban már az első percekben [12, 13]. A GP-zónák keletkezését, összetételét és szerkezetét széles körben vizsgálták, megállapítva, hogy ezek a paraméterek erősen függenek a nemesítési eljárás paramétereitől. Ezek a kutatások főleg hosszú önnemesedési időkre vagy mesterséges öregítés esetére szorítkoztak.

A dekompozíció mechanizmusa a szobahőmérsékletű nemesedés korai szakaszában azonban sokkal kevésbé ismert, ugyanakkor több okból nagy fontossággal bír. Ipari szemszögből például az öntvényeket különböző ideig szobahőmérsékleten tárolják, mielőtt további hőkezelésnek vetnék alá őket. A szobahőmérsékleten kialakuló mikroszerkezet – például a GP-zónák mérete és térfogati hányada – erősen befolyásolja a kiválási folyamat későbbi szakaszait a mesterséges hőkezelések során [10, 14, 15]. Ugyanezért fontos, hogy mélyebben megértsük a szobahőmérsékleti nemesedés korai folyamatait, az ekkor keletkező részecskék pontos elrendeződését és méretét, amelyeket sokkal ritkábban vizsgáltak a szakirodalomban.

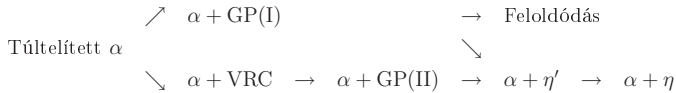
Szobahőmérsékletű edzés után apró GP-zónák vagy klaszterek kezdenek növekedni a tútelített mátrixban a termodinamikailag vezérelt dekompozíció következményeként. Habár a szakirodalom nem egységes az elnevezéseket illetően, alapvetően megállapítható, hogy kétféle zóna vagy klaszter köthető a szobahőmérsékleten végbemenő folyamatokhoz: a természetes öregedés során keletkező GP(I)-zónák, valamint vakanciagazdag klaszterek (VRC – vacancy rich cluster). A GP(I)-zónák gömb alakot vesznek fel, koherensek az Al-mátrixszal, annak $\{001\}$ síkjaival párhuzamos, felváltva Zn-ben és Mg-ban gazdag rétegekből állnak, és viszonylag széles hőmérséklettartományban, szobahőmérséklettől 150°C -ig alakulnak ki függetlenül az edzés hőmérsékletétől. Érdemes megjegyezni, hogy a 3-nál nagyobb Zn/Mg arányú ötvözetekben a háromalkotós AlZnMg zónák mellett csak alumíniumot és cinket tartalmazó GP-zónák is képződnek szobahőmérsékleten. Ugyancsak érdemes megemlíteni, hogy magasabb hőmérsékletű hőkezelés során más szerkezetű GP-zónák is keletkeznek, amelyek az $\{111\}$ síkokkal párhuzamosak, szerkezetük hasonlít az η' fáziséra, és azok előfutárának tekinthetők [10, 16].

A VRC-kről azt feltételezik, hogy viszonylag magas hőmérsékletű oldó hőkezelés után jelennek meg szobahőmérsékletű edzés során vagy közvetlenül utána [10, 17–19]. A VRC-k nem vesznek részt a szobahőmérsékletű GP-zónaképződésben, legalábbis szerepük elhanyagolható [19, 20], a magasabb hőmérsékletű öregítésben töltenek be kulcsfontosságú szerepet. A VRC-k jelenléte ugyanakkor nem áll minden kétség fölött, mivel mindezekig nincsen közvetlen bizonyíték a létezésükre [10, 17]. Másrészt az általánosan elfogadott, hogy az edzés során a mátrixban maradt többletvakanciák fontos szerepet játszanak a GP-zónák képződésében [17, 21], annál is inkább, mert a vakanciakoncentrációban mutatkozó tútelítettség gyakran hosszú ideig fennáll edzés után. Számos, különböző mérési módszerrel végzett tanulmány megmutatta, hogy a klaszterképződés vezető mechanizmusát a vakancia-ötvöző párok vagy komplexek vándorlása képezi, mint például vakancia-Zn, vakancia-Mg, vakancia-Mg-Zn [10, 21–24]. Valószínűleg a vakancia-ötvöző, különösképpen a Mg-mal alkotott párok nagy kötési energiájának tulajdonítható, hogy a szétesési folyamat a GP-zónák keletkezési hőmérséklettartományában bizonyos korlátok között nem érzékeny az edzési körülményekre [10, 25, 26].

Mivel a kialakuló részecskék mérete alapvetően befolyásolja a szilárdsági tulajdonságokat, számos tanulmány foglalkozott a GP-zónák átlagos méretének időbeli fejlődésével [9, 16, 27, 28].

Kis mennyiségű rezet adva a háromalkotós Al–Zn–Mg ötvözetekhez, nem jelennek meg új típusú fázisok: a réz előszeretettel épül be a kiválásos részecskébe. A kinetikára gyakorolt hatásáról a szakirodalom nem vélekedik egységesen: számos szerző megfigyelései szerint a hozzáadott réz lassítja a GP-zónák kialakulását [18, 29], míg mások szerint nincsen jelentős hatással a GP-zónák növekedésének kinetikájára, csupán a VRC-k képződését késlelteti [20]. Feltételezhető, hogy Cu jelenlétében lehetséges Cu-vakancia és Mg-vakancia párok együttes létezése [18, 21], ugyanakkor a Mg-vakancia párok nagy kötési energiája miatt a Mg atomok begyűjthetik és visszatárhathatják a vakanciákat a Cu atomoktól, ami összességében lelassíthatja a kiválási folyamatot [22, 23]. Szintűgy nem világos, hogy vajon Cu-vakancia vagy Mg–Cu-vakancia komplexek, vagy ezek együtt léteznek-e [22–24]. Megfigyelték, hogy réz hozzáadása növeli a GP-zónák számsűrűségét és stabilitását [15, 18]. Réz jelenlétében a GP-zónák alakja és összetétele is megváltozik: míg a háromalkotós Al–Zn–Mg ötvözetekben csak gömb alakú GP-zónákat figyeltek meg, addig réz jelenlétében ezek mellett megjelentek ellipszoid alakúak is, melyek jelentős mennyiségű rezet is tartalmaztak [15].

Ugyan dolgozatomban csupán a szobahőmérsékleten végbement folyamatokkal foglalkozik, a teljesség kedvéért érdemes összefoglalni, hogy magasabb hőmérsékletű mesterséges öregítés során milyen folyamatok mennek végbe. A kiválási sorrendet az alábbiakban összegezzük [19]:



Szobahőmérsékleten GP(I)-zónák és VRC-k alakulnak ki. Magasabb hőmérsékleten a GP(I)-zónák vagy teljesen feloldódnak a mátrixban, vagy átalakulnak η' fázisú részecskévé. A folyamat jelentősen függ az alkalmazott hőkezeléstől, valamint az összetételtől. A VRC-k helyén 70 °C fölött alakulnak ki a GP(II)-zónák, amelyek az η' fázis előfutárainak tekinthetők, mivel szerkezetük erősen hasonlít ez utóbbi fáziséra. Magasabb hőmérsékleten ezek alakulnak tovább η' fázissá.

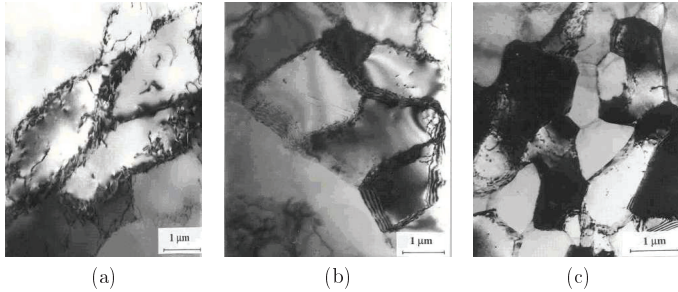
Még magasabb hőmérsékleten az η' fázis stabil η fázissá alakul át. Ipari szempontból a legjobb mechanikai tulajdonságokkal rendelkező η' fázis elérése a cél. Ennek érdekében általában nem egylépcsős hőkezelést alkalmaznak, ahol szobahőmérsékletű hevertetés után közvetlenül olyan hőmérsékletet alkalmaznak, ahol az η' fázis kialakulása preferált, hanem ún. kétlépcsős eljárással dolgoznak. Ennek során a szobahőmérsékletű edzés és hevertetés után először egy köztes hőmérsékletet alkalmaznak a GP(I)- és GP(II)-zónák diszperz kialakítására, majd ezt követően emelik a hőmérsékletet az η' fázisnak megfelelőre. A metastabil η' fázis részecskéi a GP(I)- és GP(II)-zónák helyén alakulnak ki, megőrizve a diszperz eloszlást és így jelentékeny szilárdságnövekedést eredményezve [10].

1.3. A mikroszerkezet fejlődése szilárdoldatokban képlékeny alakváltozás során

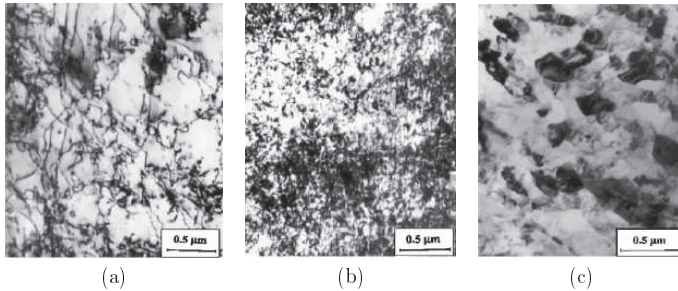
Mivel a képlékeny alakváltozás diszlokációk keletkezése és mozgása révén valósul meg, ezért a mikroszerkezet fejlődésének vizsgálatában – sok más egyéb mikroszerkezeti paraméter mellett – a diszlokációszerkezet nyomon követése és megértése viszonylag nagy szerepet kap. Nagyobb skálán haladva a diszlokációkból cellafalak állnak össze, melyek meghatározzák a szubszemcsék, szemcsék és szemcsehatárok jónéhány jellemzőjét is.

1.3.1. Ötvözőatomok hatása a deformált anyag mikroszerkezetére

Az 1.1 ábrán három példa látható a mikroszerkezet alakulására tiszta alumíniumban. Az (a) ábra $\varepsilon \approx 0.05$ -os, a (b) ábra $\varepsilon \approx 0.2$ -es összenyomásnál, a (c) ábra pedig nagy deformáció esetén ($\varepsilon \approx 8$) mutatja az anyag belső struktúráját. Látható, hogy a képlékeny alakítás nagyon korai szakaszában $\varepsilon = 0.05$ -nél cellás szerkezet alakul ki, $\varepsilon = 0.2$ -nél már szubszemcsés szerkezet figyelhető meg, a $\varepsilon \approx 8$ deformációnak megfelelő mintában pedig szubszemcsék vagy szemcsék jól definiált rendje jellemző. Mindegyik mikroszerkezetben a kialakuló struktúra jellemző mérete $1 \mu\text{m}$ körül alakul. Ez utóbbi érték jó összhangban van azokkal a szakirodalomban közölt értékekkel, amelyek nagy deformációt elszen-



1.1. ábra. Tiszta alumínium mikroszerkezete szobahőmérsékletű (a) $\varepsilon \approx 0.05$, (b) $\varepsilon \approx 0.2$ és (c) $\varepsilon \approx 8$ deformáció után [30].



1.2. ábra. Al-3%Mg mikroszerkezete szobahőmérsékletű (a) $\varepsilon \approx 0.05$, (b) $\varepsilon \approx 0.2$ és (c) $\varepsilon \approx 8$ deformáció után [30].

vedett minták esetén $\sim 1.2\text{--}1.3 \mu\text{m}$ -es egyensúlyi szemcseméretet állapítottak meg [31–33].

Az 1.2. ábra az előző ábrával megegyező deformációknál mutatja a mikroszerkezet alakulását Al-3%Mg esetén. Ezeken az elektronmikroszkópos felvételek jól mutatják, hogy a hozzáadott magnézium erőteljesen befolyásolja a mikroszerkezet fejlődését deformáció közben. A tiszta alumíniumnál megfigyeltekkel ellentétben az Al-3%Mg ötvözetben inkább véletlenszerű, nem cellás mikroszerkezet figyelhető meg még viszonylag nagy deformációnál is ($\varepsilon \approx 0.2$). Továbbá a nagy deformáció ($\varepsilon \approx 8$) során kialakuló stabil szerkezet átlagos szemcsemérete sokkal kisebb, kb. $0.2 \mu\text{m}$. Végül a tiszta alumíniummal ellentétben ez az ötvözet

nagyjából 8-as deformáció után éri el a stabil mikroszerkezetét [34]. Az elektron-mikroszkópos felvételek alapján megállapított következtetéseket megerősítik a röntgen vonalprofil-analízissel kapott eredmények [30]. Ezek azt mutatják, hogy mindkét fém esetében az átlagos krisztallitméret csökken, az átlagos diszlokációsűrűség pedig növekszik a deformáció előrehaladtával. 3% Mg hozzáadása azonban jelentősen befolyásolja a megfigyelt paramétereket: egy adott deformációnál kb. négyszer kisebb átlagos szemcseméretet és 14-szer nagyobb átlagos diszlokációsűrűséget eredményez, továbbá míg a tiszta alumínium esetében a diszlokációsűrűség viszonylag hamar telítődik ($\varepsilon \approx 1$), addig az ötvözet esetében ez sokkal nagyobb deformációnál következik be ($\varepsilon \approx 4$).

A magnéziumnak ez a mikroszerkezetet módosító hatását az okozza, hogy a Mg atomok a rugalmas energia csökkentése érdekében előszeretettel helyezkednek el az éldiszlokációk dilatált zónájában. A diszlokációk köré diffundáló Mg atomok nehezítik azok előrehaladását és megakadályozzák nem-konzervatív mozgásukat [35]. Mivel az ötvözőatomok és a diszlokációk között fellépő kölcsönhatás igen erős, így a diszlokációk magasabb Mg tartalomnál kevésbé csoportosulnak cellafalakba a deformációs energia minimalizálása érdekében. Ennek eredményeképpen figyelhető meg még viszonylag nagy deformációknál ($\varepsilon \approx 0.2$) is a diszlokációgubancok egészen egyenletes eloszlása.

A hozzáadott Mg nemcsak mikroszerkezeti szinten befolyásolja a diszlokációk viselkedését a tiszta anyaghoz képest. Mivel a diszlokációk dilatált zónájába érve a deformációs energianyereség viszonylag jelentős, valamint a Mg atomok könnyen mozdulnak el az alumíniummátrixban, a diszlokációk körül gyorsan megtörténik az ötvözőfelhő kialakulása. A szegregációs idő összemérhető a diszlokációk átlagos várakozási idejével, dinamikus kölcsönhatás fellépéséhez vezetve az ötvözők és diszlokációk között, amely eredményeképpen a képlékeny alakváltozás elveszíti egyenletes jellegét, szaggatottá, instabillá válik. Ezt a jelenséget a szakirodalom plasztikus vagy alakítási instabilitásnak szokta nevezni.

1.3.2. Diszlokációevolúciós modellek

A mikroszerkezet fejlődésének elméleti leírása, modellezése többek között az ún. diszlokációsűrűség-evolúciós modellekkel történik [36, 37]. Ezekben az átlagos diszlokációsűrűséget modellezzik a deformáció függvényében úgy, hogy a

diszlokációsűrűség változásához bizonyos mikroszerkezeti folyamatokat tételnek fel (sokszorozódás, elakadás, annihiláció, keresztcsúszás, megújulási folyamatok, stb.), és azokat általában fizikailag megalapozott összefüggéssel veszik figyelembe az evolúciós egyenlet(ek)ben. Az eredményül kapott elméleti diszlokációsűrűség–deformáció görbét általában a $\sigma = \alpha M \mu b \sqrt{\rho}$ Taylor-formula segítségével kísérleti feszültség–deformáció görbékkel vetik össze, az illeszkedésük jósága a feltételezett fizikai folyamatok helyességére utal. A fenti formulában σ a feszültséget, α egy geometriai állandót, M a Taylor-faktort, b a Burgers-vektor nagyságát és ρ az átlagos diszlokációsűrűséget jelöli. A kísérleti igazolásban több helyütt az alakítási keményedés–feszültség görbét is alkalmazzák [38–40], valamint szerepet kapnak transzmissziós elektronmikroszkóppal, illetve röntgenvonalprofil-analízissel a diszlokációszerkezetre kapott mennyiségi és minőségi eredmények is [30]. Részletesebb modellek az átlagos diszlokációsűrűséget további komponensekre bontják, így a kiindulási feltételtől függően megkülönböztetve mobil- és erdő- [41], vagy cellákon belüli és cellafalbeli [37, 42], vagy magas és alacsony diszlokációsűrűséget [43, 44]. Bármilyen is a felbontás, az elmélet igazolása a fentihez hasonló módon történik: a felbontott diszlokációsűrűségeket vagy visszavezetik az átlagos diszlokációsűrűség fejlődésére és vetik össze a Taylor-összefüggéssel kapott kísérleti görbével, vagy elektronmikroszkópos, illetve röntgenvonalprofil-analízissel kapott eredménnyel hasonlítják össze. Egyes modellek érvényességét csak tiszta anyagokon igazolták, mások ötvözők jelenlétében is érvényesek [39, 40]. A figyelembe vett fizikai folyamatok pedig a kristályszerkezettől, hőmérséklettől, stb. is jelentősen függenek [39, 40].

1.4. Ötvözőatomok dinamikai hatása – alakítási instabilitások

Az előző fejezetekben az ötvözőatomoknak a szilárdságra, mikroszerkezetre gyakorolt hatását vizsgáltuk. Az ötvözés egyik fő célja a fémek mechanikai tulajdonságainak javítása, szilárdsági paramétereinek növelése volt a diszlokációmozgás akadályozása révén. Ötvözőatomok bevitele esetén azonban bizonyos hőmérséklet-, ötvözőkoncentráció- és alakítássebesség-tartományban a homo-

gén deformáció inhomogénné és instabillá válhat a diszlokációk és az idegen atomok között létrejött dinamikus kölcsönhatás eredményeképpen.

Instabilitások nemcsak a képlékeny deformáció során fordulnak elő, hanem általában megfigyelhetők bizonyos rendszerekben a természetben. Ide tartozik a sűrűlódásos csúszás, a földrengések kialakulása, bizonyos mágneses jelenségek, termomechanikus instabilitások, stb. [45–49].

A továbbiakban áttekintjük, hogy milyen jellegű alakítási instabilitásokat különböztethetünk meg, majd részletesebb bemutatásra kerül az egyik legelterjedtebb plasztikus instabilitási jelenség, a Portevin–Le Châtelier-effektus. Áttekintjük ennek a kísérleti leírását, majd az egyes értelmezési lehetőségeit a makroszkopikustól a mikroszkopikus skáláig, valamint a leírására szánt modelleket. Az irodalmi áttekintést a jelenség ötvözőkoncentráció-függésével és a dinamikus mikrokeményesség-mérések során fellépő plasztikus instabilitásokkal kapcsolatos összefoglalóval fejezzük be.

1.4.1. Plasztikus instabilitások osztályozása

A plasztikus instabilitások feltételeinek meghatározásához a

$$d\sigma = \theta d\varepsilon + S d \ln \dot{\varepsilon}, \quad (1.3)$$

egyszerűsített konstitutív egyenlet lineáris stabilitásvizsgálatára van szükség, tekintettel a $\delta\varepsilon = \varepsilon - \varepsilon_0$, $\delta\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon} - \dot{\varepsilon}_0$ kis perturbációjának időbeli fejlődésére. A fenti egyenletben σ a feszültség, ε a deformáció, $\dot{\varepsilon}$ a deformációsebesség, $\theta = \partial\sigma/\partial\varepsilon|_{\dot{\varepsilon}}$ az alakítási keményedési együttható és $S = \partial\sigma/\partial \ln \dot{\varepsilon}|_{\varepsilon}$ a makroszkopikus deformációsebesség-érzékenység. Erővezérelt deformáció esetében a képlékeny térfogattartás miatt a következő geometriai megszorítás használható egytengelyű deformáció esetén: $\delta\sigma/\sigma = -\delta A/A = \delta\varepsilon$. Ha ezt alkalmazzuk a fenti konstitutív egyenletre, és linearizáljuk azt $\delta\varepsilon$ -ban, az alábbi lineáris differenciálegyenletet kapjuk:

$$(\sigma - \theta)\delta\varepsilon = S \frac{\delta\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0}. \quad (1.4)$$

Tegyük fel, hogy a próbatesten az alakváltozás során

$$\delta\varepsilon(t) = \delta\varepsilon_0 \exp(\lambda t) \quad (1.5)$$

deformációfluktuáció lép fel. A stabil alakváltozás feltétele, hogy λ , az ún. erő-sítési tényező negatív. Az (1.4) linearizált differenciálegyenlet alapján ez akkor következik be, ha

$$\lambda = \frac{\sigma - \theta}{S} < 0. \quad (1.6)$$

Instabilitás akkor jelentkezik, ha

$$\lambda = \frac{\sigma - \theta}{S} > 0. \quad (1.7)$$

Ebből az egyenlőtlenségből két kritériumát lehet kiolvasni az instabilitásnak. Az egyiket h -típusúnak hívják, és akkor következik be, ha $S > 0$ és $\sigma - \theta > 0$; ez az ún. deformációs lágyulás következtében fellépő instabilitás. A másik esetben a deformációsebesség-érzékenység lesz negatív ($S < 0$) $\sigma - \theta < 0$ mellett; ezt S -típusú instabilitásnak vagy deformációsebesség-lágyulás következtében fellépő instabilitásnak hívják, azaz a deformációsebesség növekvő mértéke mellett egyre kisebb feszültségre van szükség [45, 46, 50, 51].

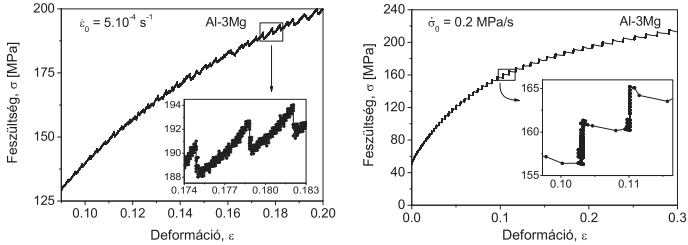
A h -típusú instabilitás bekövetkezhet nagy deformációknál, ahol σ értéke nagy, θ -é kicsi (*Considère-kritérium*), és a minta befűződéséhez és szívós töréséhez vezet. Másik eset, amikor már kisebb deformációknál kicsi vagy negatív lesz θ értéke. Erre tipikus példa az ún. *Lüders-sávok* kialakulása, ami az ún. kettős folyás jelenségkörébe tartozik. Ennek során elérve a folyáshatárt az ötvözők által rögzített diszlokációk kiszabadulása és gyors sokszorozódása következtében a feszültség visszaesik, és jelentős deformációnövekedés megy végbe közel azonos feszültségérték mellett. A folyamat térben tipikusan egy deformációs sáv végighaladásával valósul meg. A Lüders-sávok csak egyszer futnak végig a mintán, azaz a deformációlágyulások nem vezetnek oszcilláló képlékeny viselkedéshez (irreverzibilis folyamat) [45, 46, 50].

Ezzel szemben az S -típusú instabilitások mindig oszcilláló folyáshoz vezetnek [46]. Sokféle mikroszerkezeti folyamat vezethet deformációsebesség-lágyulás következtében fellépő instabilitásokhoz (pl. kiválások visszaoldódása diszlokációátvágás következtében), a legáltalánosabban vizsgált azonban az ún. *dinamikus alakváltozási öregedés* (angolul *dynamic strain ageing* – DSA), amely mozgó diszlokációk és gyorsan diffundáló ötvözőatomok dinamikus kölcsönhatása eredményeképpen jön létre. A DSA-val kapcsolatos instabilitásokat Portevin–Le Châtelier-effektusnak (PLC-effektusnak) szokták hívni.

A PLC-effektus kutatásának alapvetően két mozgatórugója van. Gyakorlati szempontból a PLC-effektus megjelenése nem kívánt jelenségeket okoz az anyagfeldolgozás során, mint például felületdurvulást és a törési szilárdság (fracture strength) csökkenését, ezért az ipar igyekszik elkerülni ezt a jelenséget. Így azon feltételek ismerete, amelyek keletkezését meghatározzák, a gyakorlati érdeklődés homlokterébe került, és kiterjedt kutatásokat indukált a PLC-tartományok feltérképezésére. Másrészt a PLC-effektus rengeteget árul el a képlékeny alakváltozás mikroszkopikus belső részleteiről. Megérteni ezt a jelenséget annyira, mint teljes részletességgel megérteni a diszlokációpopulációk fejlődési jellegzetességeit és az ötvözőatom-diszlokáció kölcsönhatást [52]. Értelmezése egy sor olyan mikro- vagy mezoszkopikus folyamattal kapcsolatos, amelyek megértése mind a mai napig nem teljes, és a képlékenységi sok egyéb területén jelentkező jelenségkörrel hozható összefüggésbe, mint például mintázatképződés a diszlokációszerkezetben deformáció során (állandósult csúszási sávok), diszlokációk kollektív viselkedése, kaotikus rendszerek. Ezeket az alapkutatásokat nagy mértékben elősegíti, hogy a PLC-effektus sokféle anyagcsalád esetén megfigyelhető, könnyen reprodukálható és nem kíván különleges körülményeket.

1.4.2. Portevin–Le Châtelier-effektus: fenomenológiai leírás

A PLC-effektus egy térbeli és időbeli plasztikus instabilitás, amely főleg szilárdalapotok képlékeny alakítása közben lép fel az alakítási sebességek, hőmérséklet, elődeformáció és ötvözőkoncentráció bizonyos tartományában. A térbeli inhomogenitás során a deformáció a minta egy véges, de időben változó helyű részére korlátozódik, miközben a minta fennmaradó nagyobb része nem vesz részt a képlékeny alakváltozásban. Az időbeli instabilitások ismétlődő feszültségcsúszásokként mutatkoznak (ld. például az 1.3(a) ábra) a feszültség–deformáció görbén a deformációvezérelt – állandó deformációsebességű ($\dot{\epsilon} = \text{áll.}$) – mérések esetén, innen a fűrészfog, ismétlődő vagy rázkódó folyás elnevezés. Feszültségvezérelt méréseknél ($\dot{\sigma} = \text{áll.}$) az időbeli instabilitás ismétlődő deformációugrásokként jelentkezik a feszültség (majdnem elasztikus) növekedése után, jellegzetes lépéscsőfomájú feszültség–deformáció görbét eredményezve, ahogy az az 1.3(b) ábrán látható. A PLC-effektust legalaposabban deformációvezérelt egytengelyű nyújtásokkal vizsgálták, így az alábbi összefoglaló eredmények is elsősorban er-



1.3. ábra. Tipikus feszültség–deformáció görbék (a) állandó deformációsebesség és (b) állandó feszültségsebesség mellett.

re a mérési módra vonatkoznak. Feszültségvezérelt nyújtásokat már régebben is végeztek, ez a technikailag nehezebb módszer mégsem vált általánosan használt vizsgálati móddá az ilyen méréseket végző csoportok kis számossága és a korai eredmények ellentmondásossága miatt. Mivel azonban elméleti szempontból a feszültségvezérelt mérések sokkal biztonságosabbak a gépi effektusok kisebb befolyása miatt, az utóbbi időben újra kezdenek elterjedni az ilyen vezérlésű mérések. Az ezekre vonatkozó megjegyzéseket – ha vannak – külön jellemezem.

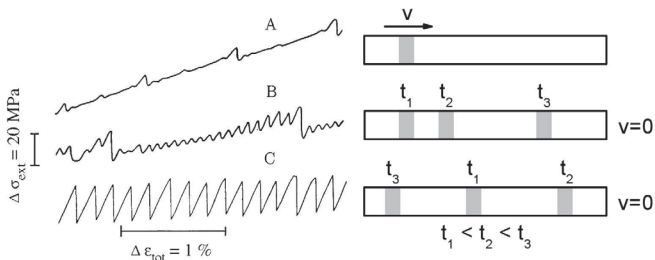
A feszültség–deformáció görbéknek egyik jellegzetes pontja az a kritikus deformáció, amely elválasztja a stabil deformációt az oszcillálótól. Ezek meghatározása nem mindig egyszerű feladat, hiszen a mikroszkopikus fluktuációkat nem mindig lehet észlelni, ezért általánosan az első makroszkopikusan megfigyelhető oszcillációhoz tartozó deformációt szokták kritikus deformációként azonosítani. Általában a kritikus deformáció növekszik a deformációsebességgel és csökken a hőmérséklettel. Ezt hívják a kritikus deformáció *normális* viselkedésének, mivel a korai méréseknél csak ezt az összefüggést figyelték meg. Ugyanakkor a mérési körülmények bizonyos tartományában megfigyelhető, hogy növekvő deformációsebességgel a kritikus deformáció csökken, melyet a kritikus deformáció fordított, *inverz* viselkedésének neveznek [45]. Érdemes még azt is megjegyezni, hogy bizonyos körülmények között egy második kritikus deformáció is létezik, amely az oszcilláló folyás befejezését jelzi és amelyet újra stabil deformáció követ [41].

A kritikus deformáció egy igen gyakran vizsgált jellemző, ennek megfelelően számottevő irodalma van mind a kísérleti, mind az elméleti művek között. A

kiterjedt vizsgálódás egyik oka az, hogy ipari szempontból igyekeznek elkerülni ezt a jelenséget és megmaradni a stabil deformáció tartományában. Fontos tehát ismerni, hogy a lehetséges paraméterek (hőmérséklet, alakítási sebesség, stb.) hogyan befolyásolják a kritikus deformáció megjelenését. Ez vezet a különböző PLC-tartományok feltérképezésére [53–58]. A kutatások másik oka a normál és inverz viselkedés megértése, a háttérben zajló megfelelő mikro- és mezoszkopikus folyamatok feltételezésével. A kritikus deformációnál egy minőségi változás áll be a képlékeny alakváltozásban: egy sima deformáció alakul át oszcillálóvá. E kvalitatív változás háttérében pedig a diszlokációk viselkedésének alapvető változása áll: egyedi, szaggatott mozgásuk kollektívvé, makroszkopikusan jelentkezővé válik. Így bármilyen elmélet, amely e váltás feltételeit próbálja meghatározni, szoros kapcsolatban áll a plasztikus instabilitások mélyebb megértésével, közvetett módon pedig a plaszticitás egyéb területeivel (diszlokációk kollektív viselkedése, állandósult csúszási sávok, mintázatképződés, stb.) [46].

Egy másik fontos jellemzője a PLC-effektusnak a feszültség visszaesésének mértéke. Ezt a paramétert ritkábban vették górcső alá, aminek több oka van. Egyrészt a feszültségesések időbeli fejlődése nem szabályos, noha globálisan valamilyen tendencia észrevehető és értelmezhető benne (ld. 3.2. fejezet bevezetését). Másrészt elméleti szempontból a gépeffektusok és relaxáció miatt a feszültségesések nagyságát nehéz megfeleltetni közvetlen módon a modellek fizikai paramétereinek. Ezek miatt elsősorban valószínűségi megfontolások, a feszültségesések megjósolhatósága vagy kaotikus viselkedése került előtérbe. Statisztikai vizsgálatok kimutatták, hogy a feszültségesések eloszlása kapcsolatban van a minta egyes részei közötti csatolás erősségével, és bizonyos körülmények között erős hasonlóság, illetve kapcsolat figyelhető meg a földrengések és az oszcilláló alakváltozás között [45, 52, 59–62]. A feszültségvezérelt méréseknél megfigyelt feszültséglépcsők módszeres vizsgálatára alig akad példa a szakirodalomban [63, 64].

A PLC-effektus nemcsak jellegzetes oszcillációkhoz vezet a feszültség–deformáció görbéken (időbeli instabilitás), hanem a képlékeny alakváltozás térbeli lokalizációjával – térbeli instabilitásával – is jár. A feszültség–deformáció görbén megjelenő minden egyes oszcilláció egy plasztikus hullám, egy mozgó deformációs sáv keletkezésének és haladásának felel meg. Különböző típusú PLC-instabilitásokat lehet megkülönböztetni attól függően, hogy ezek a deformációs



1.4. ábra. Az A, B és C típusú PLC-sávok időbeli (bal oldalon) és térbeli (jobb oldalon) jellemzői [46] és [51] alapján

sávok hogyan szerveződnek térben és időben. A megkülönböztetés kezdetben a feszültség–deformációs görbéken megfigyelhető oszcillációk különbözőségén alapult, később a lézeres extenzométerek alkalmazásával keletkezésük és haladásuk szerint is megtörtént a csoportosításuk, mert az oszcillációk alakja közvetlen összefüggésben van a sáv térbeli fejlődésével. Ezek alapján A, B és C típusú PLC-sávot különböztetünk meg (1.4. ábra) [46, 51, 65, 66]. Az A típusú sáv állandó sebességgel halad előre, a rá jellemző feszültség–deformációs görbét a feszültségesések és sima szakaszok viszonylag szabályos sorozata jellemzi a sávnukleációnak és -haladásnak megfelelően. Csökkenő deformációsebesség mellett jelennek meg a B típusú sávok, melyekre a deformációs görbén kváziperiodikus oszcillációk, térbeli fejlődésében pedig a szaggatott, megszakított haladás a jellemzők: a sáv sebességében történő szaggatottság az A típusú feszültségesések közötti szakaszokon további oszcillációkat okoz. További csökkenés a deformációsebességben a sávok haladásának megállását eredményezi, és a képlékeny alakváltozás a minta hosszan véletlen helyeken megjelenő lokalizált, nem haladó sávok révén történik. A feszültség–deformációs görbe erősen recés, ahol minden egyes feszültségesés egy álló deformációs sáv kialakulását jelzi. Korábban a feszültségvezérelt méréseknél A típusú magányosan végighaladó sávokat feltételezték (ld. [66] áttekintését), újabban azonban lézeres extenzométerrel elvégzett mérések azt mutatják, hogy ennél az alakítási módnál is többféle *PLC-eseményt* kell megkülönböztetnünk [66].

Az instabilitások térbeli megjelenésével kapcsolatos kvantitatív megfigyelések általában a sávok sebességére, szélességére, a sáv által hordozott deformációkoncentrációra (azaz az egy sávhoz tartozó deformációugrásokra) vonatkoznak [56, 63, 66–73].

A térbeli instabilitások leírására az (1.3) konstitutív egyenlet nem alkalmas, mert az nem ad számot térbeli függésekről, és így nem is adhat képet a PLC-jelenség sávokkal kapcsolatos paramétereiről. A deformációs sávok tér- és időbeli fejlődésének leírásához az (1.3) egyenletet ki kell egészíteni egy térbeli taggal, mely a szomszédos anyagelemek kapcsolatát fejezi ki. Ennek egyik módja egy gradiens tag felvétele az egyenlet tagjai közé [46, 74, 75]:

$$\sigma = \sigma_0 + \theta \varepsilon + S \dot{\varepsilon} + c_t \frac{\partial^2 \varepsilon}{\partial x^2}, \quad (1.8)$$

ahol σ_0 a folyáshatár, x a nyújtás iránya és c_t egy szemcseméretfüggő együttható. Az ily módon kiegészített konstitutív egyenletből adódó eredmények meglepően jó egyezést mutatnak a kísérleti eredményekkel [60, 62, 76]. A fenti módszer mellett a térbeli fejlődés leírását más módon is figyelembe lehet venni (részleteket ld. [46]), az újabb elméletek egyre kifinomultabban és pontosabban értelmezik a kísérleti eredményeket (normál és inverz viselkedés, térbeli jellemzők, stb.) [65]. Végül itt érdemes megjegyezni, hogy a modellek térbeli fejlődésének ellenőrzésére egyre gyakrabban alkalmaznak végelelem-szimulációkat [76–79].

1.4.3. A Portevin–Le Châtelier-effektus értelmezése

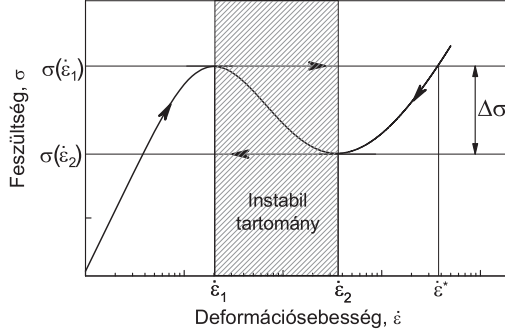
1.4.3.1. Fenomenológiai makroszkopikus modell

Ahogy azt az 1.4.1. fejezetben láttuk, az S -típusú instabilitásokat a negatív deformációsebesség-érzékenység okozza. Ez matematikailag a Penning által javasolt

$$\sigma = \theta \varepsilon + \Phi(\dot{\varepsilon}) \quad (1.9)$$

félempírikus konstitutív egyenlettel fejezhető ki, ahol $\Phi(\dot{\varepsilon})$ az 1.5 ábrán látható N alakú függvény, és a σ feszültség $\dot{\varepsilon}$ deformációsebességtől való függését fejezi ki [80]. Az (1.9) egyenlet lineáris stabilitásvizsgálata során [81] a deformációsebességben

$$\delta \dot{\varepsilon} = \delta \dot{\varepsilon}_0 \exp(\zeta t) \quad (1.10)$$

1.5. ábra. Sematikus N alakú σ - $\dot{\epsilon}$ görbe

fluktuációt feltételezve azt kapjuk, hogy bármilyen kis $\delta\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon} - \dot{\epsilon}_s$ eltérés az alkalmazott $\dot{\epsilon}_s$ deformációsebességtől (feszültségvezérlésnél: $\dot{\epsilon}_s = \dot{\sigma}/\theta$) exponenciálisan növekszik, ha $d\Phi/d\dot{\epsilon} < 0$, azaz $\dot{\epsilon}_1 < \dot{\epsilon}_s < \dot{\epsilon}_2$, következésképpen a stacionárius állapot instabillá válik (ζ az ún. erősítési tényező). Az $\Phi(\dot{\epsilon})$ görbe pozitív meredekségű szakaszain a rendszer viselkedése stabilnak mondható, a kis fluktuációk a deformációsebességben idővel megszűnnek.

A fenti (1.9) konstitutív egyenlet további vizsgálatával [81] megállapítható a rendszer viselkedése az instabil tartományban ($\dot{\epsilon}_1 < \dot{\epsilon}_s < \dot{\epsilon}_2$). A görbe kis deformációsebességeknél megfelelő részén ($\dot{\epsilon} < \dot{\epsilon}_1$) a deformációsebesség folyamatosan nő, míg el nem éri $\dot{\epsilon}_1$ -et. Mivel ekkor adott feszültséghez két deformációsebesség érték is tartozik, a rendszer átugorva az instabil tartományt felveszi $\dot{\epsilon}^*$ értékét. Itt a deformációsebesség csökkenni kezd, és elérve $\dot{\epsilon}_2$ újra az N alakú görbe kis sebességű tartományába ugrik, és a folyamat kezdődik előlről, ismétlődően változtatva a lassú és gyors deformációsebességű tartományok között. Ha az $\dot{\epsilon}_s$ stacionárius deformációsebesség a pozitív meredekségű ágakra esik, akkor a rendszer felveszi az annak az állapotnak megfelelő értéket, és a képlékeny alakváltozás stabil marad. Érdeemes megjegyezni, hogy a fenti gondolatmenet semmiféle egyéb feltételezést nem tett az $\Phi(\dot{\epsilon})$ görbe alakjára azon kívül, hogy rendelkeznie kell egy lokális maximum és minimum között elhelyezkedő negatív meredekségű szakasszal.

1.4.3.2. A Portevin–Le Châtelier-effektus mikroszerkezeti háttere

A PLC-effektust a mozgó diszlokációk és a gyorsan diffundáló ötvözőatomok dinamikus kölcsönhatása okozza. A mátrixatomok és az oldott atomok közötti méretkülönbség feszültségteret eredményez az oldott atom körül. Ez a feszültségtér vonzó kölcsönhatásba lép a diszlokációk feszültségterével, és az ötvözők feszültségvezérelt diffúziója indul meg a diszlokáció magja felé. A folyamat eredményeképpen a diszlokáció körül oldott atomok felhője, az ún. Cottrell-felhő alakul ki. Homogén eloszlás esetén a diszlokációt tökéletes nyelőnek feltételezve az egységnyi hosszú diszlokáción szegregálódó atomok számára $t^{2/3}$ időfüggés adódik (Cottrell–Bilby-kinetika) [82, 83]. Sokkal realisabb kinetikát kapunk abban az esetben, ha feltételezzük, hogy a diszlokáció mentén a szegregálódott ötvözőatomok száma telítésbe mehet. Ekkor az idővel exponenciálisan változó függést kapunk a diszlokáció közelében elhelyezkedő oldott atomok C_s koncentrációjára [84]:

$$C_s = C_\infty \left\{ 1 - \exp \left[-\frac{C}{C_\infty} (\eta t)^p \right] \right\}, \quad (1.11)$$

ahol $C_\infty = C \exp(W/kT)$ a maximálisan elérhető ötvözőkoncentráció a diszlokáció mentén, C az ötvözet névleges koncentrációja, a t a diffúzió kezdete óta eltelt idő, az η paraméter az ötvözők mozgékonyaságát és az ötvöző–diszlokáció kölcsönhatást jellemzi, magában foglalva a T hőmérsékletet és a W kötési energiát, végül k a Boltzmann-állandó. A p kitevő értéke az ötvözőtranszport jellegére utal, térfogati diffúziónál értéke $2/3$, vonalmenti diffúziónál $1/3$ [85]. Különböző anyagcsaládokban p értéke más és más a diffúziós folyamatoknak megfelelően. Alumíniumban általában a vonalmenti diffúzió a domináns [54, 55, 69, 70, 85, 86].

Képlékeny alakváltozás közben a mozgó diszlokációk a fent említett módon dinamikus kölcsönhatásba lépnek a mozgékony ötvözőatomokkal. Ezt a jelenséget hívják dinamikus alakváltozási öregedésnek (DSA). A korai modellek a DSA során folyamatosan mozgó diszlokációkat feltételeztek, melyek sebességük-től függően vonszolták magukkal vagy hagyták el a körülöttük kialakult Cottrell-felhőt [82]. A DSA elméletének további kidolgozása során (ld. [66] 13. oldal) feltételezték, és ezt kísérleti eredmények is tanúsították [87], hogy a diszlokációmozgás nem folytonos, hanem többnyire szakaszosan megy végbe a mintában lévő különböző akadályok között. A diszlokációk az akadályokon egy termikusan aktivált folyamat eredményeképpen jutnak keresztül. Az akadályoknál eltöltött

átlagos időt várakozási időnek nevezik (t_w). Kiszakadásuk után újabb akadályok elhanyagolhatóan rövid repülési idő után ($t_{rep} \cong 0$) lelassítják és megakasztják őket, miközben L utat tesznek meg.

A várakozási idő alatt a diszlokációk köré oldott atomok szegregálódnak, amely a várakozási idővel folyamatosan növekedő erősségét jelenti az akadályoknak. Mivel nagyobb deformációsebességeknél a diszlokációk várakozási ideje átlagosan kisebb, az átlagos erőssége az akadályoknak és következésképpen a folyásfeszültség is csökkenhet növekvő deformációsebességek mellett, ami nem más, mint a deformációsebesség-lágyulás következtében fellépő S -típusú instabilitás. Egyik oldalról tehát a mozgó ötvözőatomok öregítési hatása, másik oldalról viszont a mozgó diszlokációknak az ötvözőfelhőtől való termikus aktiválással segített elszakadása adja az egymással versenyző folyamatokat, amelyek váltakoznak és állandóan ismétlődnek. A DSA így vezet a negatív deformációsebesség-érzékenységhöz, amely egy ismétlődő képlékeny oszcillációban jelentkezik [46, 65].

A fent említett folyamatoknak megfelelően a DSA során két időskála verseng egymással. Az egyik a t_w várakozási idő, amelyet egy diszlokáció átlagosan egy akadálnál eltölt, mielőtt a következő akadályhoz ugrik, a másik az az idő, amely egy ötvözőatomnak szükséges a diszlokációhoz való mozgáshoz. Ha a deformációsebesség nagyon nagy, akkor a várakozási idő olyannyira lecsökken, hogy a diszlokációk csupán súrlódásként érzékelik az ötvözők hatását. Másik végletben a diszlokációk annyira lassan haladnak, hogy az ötvözők telítődnek a diszlokációk körül. Mikor a két időskála összemérhetővé válik, egyfajta rezonanciahatásként jelenik meg a PLC-effektus [45]. Érdemes megjegyezni, hogy a legújabb modellek impliciten tartalmazzák ezt a két időskálát az alapvető két folyamat – a rögzítés és a termikusan aktivált elszakadás – figyelembe vételekor [65]. Mivel a hőmérsékletnek jelentős szerepe van a termikusan aktivált folyamatokban, így a hőmérséklet a deformációsebességhez hasonló módon határozza meg a jelenség kialakulását.

A fenti megfontolásokból látszik, hogy a diszlokációk átlagos t_w várakozási ideje alapvetően határozza meg a DSA folyamatát, és eképpen a várakozási idő a DSA hatékonyságát jellemző karakterisztikus mennyiségnek tekinthető. A karakterisztikus idő egy mikroszkopikus mennyiség, amely kapcsolatba hozható a képlékenységi mérhető makroszkopikus mennyiségeivel. Figyelembe véve, hogy

a diszlokációk átlagos sebessége v , és két elakadási pont közötti L távolságot elhanyagolhatóan rövid idő alatt teszik meg, a várakozási időt megadhatjuk a

$$t_w = \frac{L}{v} \quad (1.12)$$

kifejezéssel. A diszlokációk átlagos v sebessége és a makroszkopikus deformációsebesség között az $\dot{\epsilon} = \rho_m b v$ Orowan-egyenlet teremt kapcsolatot, ahol ρ_m az átlagos mobildiszlokáció-sűrűség és b a Burgers-vektor nagysága. Ugyancsak a plaszticitás elméletéből tudható, hogy az akadályok közötti L távolság a $\rho_f^{-1/2}$ nagyságrendjébe esik, ahol ρ_f az erdődiszlokációk átlagos sűrűsége. Így az (1.12) egyenlettel megadott várakozási idő a következő alakban fejezhető ki:

$$t_w = \frac{\rho_m b L}{\dot{\epsilon}} = \frac{b \rho_m \rho_f^{-1/2}}{\dot{\epsilon}} = \frac{\Omega}{\dot{\epsilon}}, \quad (1.13)$$

ahol Ω az ún. elemi deformáció [41, 88]. Az (1.13) egyenletből látható, hogy a mikroszkopikus várakozási időt a makroszkopikus deformációsebességgel az Ω elemi deformáció kapcsolja össze, amely éppen ezért nagyon fontos szerepet játszik a plasztikus instabilitások leírásában. Számos modellben [41, 85, 89–91] a DSA deformációfüggését az Ω deformációfüggésén keresztül értelmezik. Ez az oka annak, hogy a plasztikus instabilitások értelmezésekor néhány szerző az Ω elemi deformációt egyenesen egy tipikus konstitutív mennyiségnek tartja [89, 91], és amelynek kísérleti meghatározására különböző, bonyolult vagy kevésbé bonyolult módszert dolgoztak ki [86, 89–91].

Az (1.13) egyenletből is látszik, de a plasztikus instabilitások más elmélete is arra mutat, hogy a PLC-effektus szoros összefüggésben van a mobil és erdődiszlokációk fejlődésével. Annak ellenére azonban, hogy a PLC-effektust kiterjedt vizsgálatok alá vették különböző anyagcsaládokon, semmiféle szisztematikus tanulmány nem készült a diszlokációsűrűségek és a plasztikus instabilitások kapcsolatáról.

1.4.3.3. A Kubin–Estrin-modell

Az előző fejezetben tárgyalt mikroszerkezeti megfontolásokat vette figyelembe Kubin és Estrin modelljükben (KE-modell) [41, 81]: a diszlokációk akadályoknál rögzülve várnak arra, hogy termikusan aktivált folyamat eredményeképpen el-

hanyagolhatóan rövid időn belül a következő akadályig eljussanak. A várakozási idő alatt a körükük szegregálódott ötvözőatomok tovább erősítik az akadályt. A KE-modell feltételezi, hogy az ötvözők által kifejtett rögzítőerő arányos a diszlokáció vonala mentén kialakult ötvözőkoncentrációval (C_s). Az (1.9) fenomenologikus egyenlet makroszkopikus mennyiségeit – köztük az $\Phi(\dot{\varepsilon})$ függvény alakját – a KE-modell mikroszkopikus folyamatokkal értelmezi. A folyásfeszültség négy tag összegeként fejezhető ki. A folyáshatár (σ_0), az alakítási keménység és a DSA hiányában fellépő deformációsebesség-függés mellett megjelenik az ötvözők által a diszlokációra kifejtett erő is:

$$\sigma = \sigma_0 + \theta\varepsilon + S_0 \ln\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0}\right) + \beta C_s, \quad (1.14)$$

ahol S_0 a folyásfeszültség deformációsebesség-érzékenysége DSA nélkül, $\dot{\varepsilon}_0$ referencia deformációsebesség, végül a β együtttható arányos a diszlokáció-ötvöző kötési energiával (W). Az első három tag az anyag globális plasztikus viselkedését határozza meg, a DSA megjelenéséért az utolsó tag felelős, mely egy, a diszlokáció vonala mentén kialakult ötvözőkoncentrációval arányos rögzítőfeszültséget feltételez. A diszlokáció vonala mentén kialakult C_s koncentráció az (1.11) egyenlet alapján adható meg, az abban szereplő t szegregációs idő pedig a rögzüléstől tekinthető, így megegyezik a t_w várakozási idővel. Ez utóbbit az (1.13) egyenlet alapján kapcsolhatjuk össze az $\dot{\varepsilon}$ deformációsebességgel, és így adódik a kizárólag makroszkopikus mennyiségekkel felírt modellegyenlet:

$$\sigma = \sigma_0 + \theta\varepsilon + S_0 \ln\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0}\right) + KC \left\{ 1 - \exp\left[-\left(\frac{\Omega}{\tau_L \dot{\varepsilon}}\right)^p\right] \right\}, \quad (1.15)$$

ahol $K = \beta \exp(W/kT)$ és $\tau_L = \eta^{-1} \exp(3W/2kT)$. Az (1.9) egyenletben szereplő $\Phi(\dot{\varepsilon})$ függvénynek az utolsó két tag összege felel meg, mely a paraméterek bizonyos értékei mellett valóban egy N alakú σ - $\dot{\varepsilon}$ függést mutat. Azzal, hogy a modell által javasolt σ - ε függvényben megjelenhet egy negatív meredekségű szakasz, a KE-modell viszonylag egyszerűen magyarázza a PLC-effektus egyik legfontosabb tulajdonságát, a negatív deformációsebesség-érzékenységet.

A KE-modell jelentősége abban áll, hogy viszonylag egyszerű feltételezésekkel a PLC-effektus számos sajátosságának főleg időbeli fejlődésének megfelelő kvalitatív leírását adja. A modellnek több továbbfejlesztése és finomítása látott

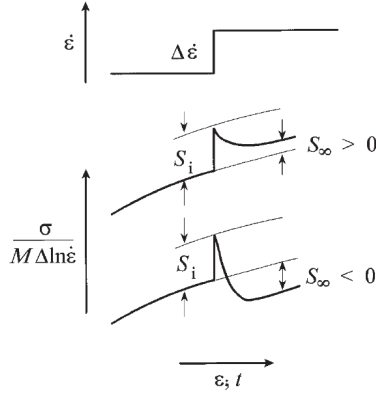
napvilágot, amelyekkel számos kísérleti eredmény értelmezhető, többek között a kritikus deformáció normál viselkedése, a két, kezdeti és végső kritikus deformáció jelenléte, a kritikus inkubációs deformáció megjelenése, a feszültségesések vagy deformációugrások alakítássebesség-függése [59, 92]. A PLC-effektus tér- és időbeli vonatkozásairól, mint például a sávok sebességéről azonban nem képes számot adni.

1.4.3.4. A sokdiszlokációs modellek

Képlékeny alakváltozás során a diszlokációk mozgása természeténél fogva inhomogén a térben és szaggatott az időben. És noha az egyedi diszlokációk mozgása inhomogén és meg-megugró, a makroszkopikus deformáció homogénnek, egyenletesnek és stabilnak tűnik, mivel átlagosan kellő számú diszlokáció mozog egyszerre. A helyzet azonban egészen más a PLC-effektus esetén, ahol az instabilitások makroszkopikus méretekben tűnnek fel, és igen nagy számú diszlokáció kollektív viselkedésére utalnak. Az instabilitások megjelenése tehát egy kvalitatív változást jelez a deformációs mechanizmusban, ami makroszkopikus szinten a simából egy oszcilláló alakváltozásba való átmenetet jelent, míg a diszlokációdinamika skáláján a PLC-effektus a diszlokációknak egy egyediből kollektív mozgásba való átmenetével társul.

A KE-modell megfontolásai és ezeknek az (1.15) egyenletben való kifejeződése mögött az az idealizált feltételezés áll, hogy a diszlokációk tökéletesen koherens módon mozognak, egyszerre akadnak el az akadályokon és egyszerre szakadnak ki az oldottatom-felhőből, azaz minden diszlokáció ugyanannyi ideig öregszik, amely a makroszkopikus $\dot{\epsilon}$ deformációsebesség által meghatározott $t_w = \Omega/\dot{\epsilon}$ átlagos várakozási időnek felel meg. Ezt a feltételezést alátámasztják a kísérleti tények, melyekben megfigyelték, hogy a PLC-effektushoz kollektív diszlokációmozgás kapcsolódik. A KE-modell azonban nem ad számot arról, hogy miért és miképpen történik meg a fent említett alapvető minőségi váltás a képlékeny alakváltozás folyamatában.

A DSA szerepe mint az egyik szükséges feltétel a PLC-effektus létrejöttében már viszonylag jól tisztázott és általánosan elfogadott. A DSA, ami alapvetően a diszlokációk és ötvözők kölcsönhatása, még önmagában nem elégséges feltétel a diszlokációk kollektív viselkedésének kialakulásához. A DSA tehát egy szükséges, de nem elégséges feltétel az instabil deformáció megjelenéséhez.



1.6. ábra. A folyásfeszültség relaxációs válasza a deformációsebességben bekövetkezett változásra ([46] alapján). Az ábrán M a Taylor-faktor.

A modellek és a feltételek további finomításához egy kísérleti megfigyelés, az ún. feszültségtranziensek magyarázata szolgált. Az (1.15) egyenlettel kifejezett KE-modell arra utal, hogy a folyásfeszültség azonnal válaszol a deformációsebességben történt változásokra. Ezzel szemben az figyelhető meg, hogy a deformációsebesség változása feszültségtranziensekkel jár együtt, ahogy az az 1.6 ábrán látható. Az ábra felső részén az $\dot{\epsilon}$ deformációsebesség időbeli változása figyelhető meg egy deformációvezérelt mérés során, ahol az állandó deformációsebességet egy adott időpillanatban megnövelték. Az alsó részen az (1.3) egyenletben definiált S makroszkopikus deformációsebesség-érzékenységeknek a sebességugrásra adott időbeli válasza követhető nyomon, amelyből a feszültség időbeli fejlődésére is következtethetünk ($d\sigma|_{\dot{\epsilon}} = S d \ln \dot{\epsilon}$). Az ábra jól mutatja, hogy a folyásfeszültség azonnali válasza az $\dot{\epsilon}$ -ban bekövetkezett növekedésre mindig pozitív ($\Delta \sigma_i$), amelyet egy az új egyensúlyi állapot felé tartó relaxációs szakasz követ. Az új érték ($\Delta \sigma_{\infty}$) pedig kisebb és nagyobb is lehet, mint az eredeti σ - $\dot{\epsilon}$ görbe extrapolált értéke. Ennek megfelelően megkülönböztetik [46, 53–55, 65, 71, 85, 86, 89, 90, 93, 94] az azonnali deformációsebesség-érzékenységet ($S_i = \Delta \sigma_i / \Delta \ln \dot{\epsilon}$), ami mindig pozitív ($S_i > 0$), az aszimptotikus

deformációsebesség-érzékenységtől ($S_\infty = \Delta\sigma_\infty/\Delta \ln \dot{\epsilon}$), ami lehet pozitív és negatív.

A McCormick-féle modellben a PLC-effektus mindig a negatív aszimptotikus deformációsebesség-érzékenység (S_∞) tartományban jelenik meg, noha a $S_\infty < 0$ feltétel nem szükségképpen jelenti a PLC-effektus megjelenését [93]. A folyásfeszültség-tranziensek megjelenése a mobildiszlokációk menti ötvözőkoncentráció időfüggő változásával kapcsolatos, ezt pedig a várakozási idők relaxációs folyamatával lehet figyelembe venni. Ennek érdekében a modell megkülönbözteti az effektív öregedési időt (t_a), mely a mobildiszlokációk várakozási ideinek átlaga, az átlagos várakozási időtől (t_w). A t_a változását az $\dot{\epsilon}$ ugrását követően a

$$\frac{dt_a}{dt} = \frac{t_w - t_a}{t_{rel}} \quad (1.16)$$

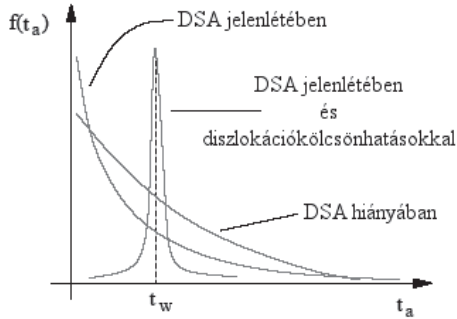
képlet fejezi ki, ahol t_{rel} egy t_w nagyságrendjébe eső karakterisztikus relaxációs idő [71, 86, 90, 93]. A képlet szerint a diszlokációk átlagos várakozási ideje csak egy idő után képes felvenni az aszimptotikus t_w értékét.

Míg a McCormick-modell adottnak feltételezi a várakozási idők Dirac-delta eloszlását, addig Hähner – többek között a fenti relaxációs jelenség magyarázatára – az általa javasolt modellben a DSA-nak egy általánosabb statisztikáját dolgoztá ki, melyben – fizikai szempontból sokkal indokoltabban – a diszlokációk várakozási idejének eloszlását szélesebb spektrumon feltételezi, és ezt az eloszlást a modellegenletekből le is vezeti [46, 94–96]. A modell kiindulási pontjául a diszlokációk termikusan aktivált mozgása szolgál, mely az alábbi, Arrhenius-típusú függvénnyel fejezhető ki:

$$\dot{\epsilon}(t) = \nu_0 \Omega \int_0^\infty dt_w f(t_w, t) \exp \left[-\frac{G(t_w) - V_{akt} < \sigma_{eff}(t) >}{kT} \right], \quad (1.17)$$

ahol ν_0 a próbálkozási frekvencia, V_{akt} az aktivációs térfogat, G az aktivációs szabadentalpia, amely az akadály erősségének mértéke, σ_{eff} a diszlokációk mozgását biztosító effektív feszültség és $f(t_w, t)$ jelenti a várakozási idők normalizált eloszlási függvényét, amely a következőképpen fejezhető ki:

$$f(t_w, t) = \frac{1}{\Omega} \dot{\epsilon}(t - t_w) \exp \left[-\nu_0 \int_0^{t_w} dt' \exp \left(-\frac{G(t') - V_{akt} < \sigma_{eff}(t' + t - t_w) >}{kT} \right) \right]. \quad (1.18)$$



1.7. ábra. A várakozási idők eloszlásának módosulása a DSA, illetve a DSA és a diszlokációkölcsönhatások együttes megjelenésével [95].

Az (1.17) és (1.18) egyenletek megoldásának a várakozási időkre vonatkozó eredményét az 1.7. ábra mutatja. Ezen megfigyelhető, hogy DSA jelenléte nélkül a várakozási idők eloszlása monoton csökkenő tendenciát mutat. Hähner megmutatta, hogy ekkor az S_∞ aszimptotikus deformációsebesség-érzékenység mindig pozitív marad. Az ábrán látható, hogy DSA jelenlétében a görbe alakja ugyan változik, tendenciája azonban nem változik, monoton csökkenő marad, S_∞ ebben az esetben is mindvégig pozitív marad. A modell eredménye tehát összhangban van azokkal a fenti megállapításokkal, miszerint a DSA önmagában nem elég negatív S_∞ létrehozására, így plasztikus instabilitások megjelenésére.

A PLC-effektus megértéséhez és magyarázatához elengedhetetlenül szükséges a diszlokációk kölcsönhatását is figyelembe venni. Hähner a modell ilyen irányú módosítása után azt kapta, hogy a diszlokációkölcsönhatások a várakozási idők eloszlásfüggvényének keskenyedéséhez (szinkronizáció) és negatív deformációsebesség-érzékenységhez vezetnek. Ez látható az 1.7 ábrán, ahol a DSA és a diszlokációk kölcsönhatását együttesen figyelembe véve a modell a várakozási idők Dirac-delta-szerű eloszlását eredményezte.

A plasztikus oszcilláció megjelenésének mechanizmusa ezek alapján a következő: a DSA megjelenése csökkenti az S deformációsebesség-érzékenységet,

ami növeli a diszlokációk közötti csatolás erősségét, következképpen a várakozási idők részben szinkronizálódnak, amely növeli a DSA hatékonyságát, és tovább csökkenti S -et. Ez a pozitív visszacsatolás a várakozási idők Dirac-delta eloszlásához vezet, ami maga után vonja S negatívvá válását, mely a plasztikus instabilitások megjelenésének alapfeltétele.

A Hähner-modell egyik nagy jelentősége többek között az, hogy kimutatta, a plasztikus instabilitások csak akkor tudnak makroszkopikus méretekben mutatkozni, ha a diszlokációk kollektív módon mozognak. Ezzel gyakorlatilag visszamenőleg igazolja azoknak a modelleknek a hitelességét, amelyek impliciten feltételezték a diszlokációk szimultán mozgását, de egyben felhívja arra a figyelmet, hogy a PLC-effektus precíz leírása kizárólag a diszlokációk nagy számából adódó tényezők figyelembe vételével történhet.

1.4.4. A Portevin–Le Châtelier-effektus ötvözőkoncentráció-függésére vonatkozó korábbi eredmények

Mivel az ötvözőatomok jelenléte alapvető feltétel a PLC-effektus megjelenéséhez, ezért az ötvözőatomok mennyisége szükségszerűen helyet kap a PLC-effektus bármilyen jellegű értelmezésében. Az ötvözőkoncentráció már az első DSA-val operáló modellekben megjelenik mint szükséges paraméter [83, 97, 98], és hangsúlyos szerepet kap a diszlokáció feszültségterében végbemenő szegregáció leírásában [84]. Alapvető szerepe ellenére azonban a szakirodalom nagyon keveset foglalkozik a PLC-effektust jellemző paraméterek koncentrációfüggésének jellemzésével mind elméleti, mind kísérleti szempontból.

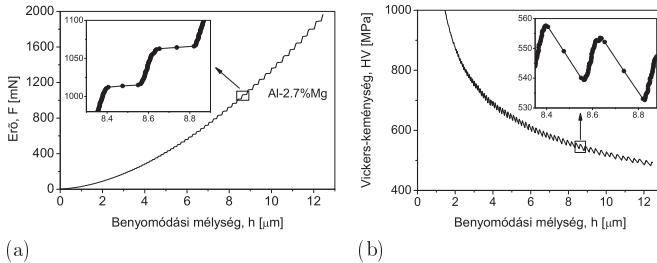
Az elméleti munkák a PLC-paraméterek közül elsősorban a kritikus deformáció koncentrációfüggésével foglalkoznak [97, 98], megállapítva, hogy a kritikus deformáció a koncentráció hatványfüggvényével arányos [98]. Ezt több kísérleti eredmény is igazolta [99, 100]. A DSA fizikai természetéből következik, hogy negatív deformációsebesség-érzékenység megjelenéséhez egy minimális ötvözőmennyiség szükséges, ennek a kritikus koncentrációnak leírására és mérésére csak elszórt példák találhatók [101]. A másik PLC-paraméter, a $\Delta\sigma$ feszültség-esés vagy feszültségnövekmény koncentrációfüggésének leírásával és mérésével a szakirodalom eddig nem foglalkozott.

A kísérleti munkák elsősorban a PLC-tartományok koncentrációfüggését vizsgálták [53–55], azonban ezekben sem voltak le a kritikus koncentráció létre vagy értékére vonatkozó következtetéseket. A vizsgálatok másik része elsősorban a DSA működésének mechanizmusát térképezte fel, és alapos vizsgálatai között szerepelnek a deformációsebesség-érzékenység koncentrációfüggő vonatkozásai is [54, 85]. Noha ezek szisztematikus és alapos mérések voltak, közvetlen relációkat a PLC-paraméterek koncentrációfüggésére vonatkozóan ezek alapján felállítani nem lehet. Összességében elmondható tehát, hogy míg a főbb PLC-paraméterek mint a kritikus deformáció, feszültségesések, sávparaméterek hőmérséklet-, deformációsebesség-függése szinte teljes egészében feltérképezett és alapos vizsgálatát tárgyát képezi, addig a PLC-jelenség paramétereinek koncentrációfüggésére vonatkozó szisztematikus és átfogó vizsgálatok még nem történtek meg.

1.4.5. Plasztikus instabilitások mélységérzékeny mikrokeménység-mérések során

Habár a plasztikus instabilitások vizsgálatában az egytengelyű nyújtás a legelterjedtebb vizsgálati forma, más deformációs módoknál is megfigyelték ezt a jelenséget, úgy mint egytengelyű összenyomásnál vagy csavarásnál [102]. Az utóbbi időben mélységérzékeny mikrokeménység-mérések során is megfigyelték a PLC-féle plasztikus instabilitásokat több szilárdoldat képlékeny alakváltozása során [101, 103–106]. A mérésekben egy speciális alakú kis gyémántfejet nyomnak az anyag felületébe, miközben az idő függvényében mérik és rögzítik az időben változó F benyomó erő és h benyomódási mélység párosát. A módszer részletes ismertetése a 2.1.2. fejezetben található.

Bizonyos körülmények között az egyenletes deformációnak megfelelő sima görbe helyett az erő–benyomódás diagramon az 1.8(a) ábrán látható módon egy h_c kritikus benyomódás – és természetesen a megfelelő F_c kritikus erő – fölött karakterisztikus lépcsők jelennek meg. A görbék részletes vizsgálat a azt mutatja, hogy a benyomódási folyamat két egymást követő lokális folyamat sorozataként áll össze. Először az erő növekszik a benyomódási mélység szinte elhanyagolhatóan kicsi változása mellett, majd ezt követően a benyomódási mélység növekszik ugrásszerűen gyakorlatilag az erő állandó értéke mellett. Az 1.8(b) ábrán



1.8. ábra. Tipikus (a) erő-benyomódás és (b) Vickers-keménység-benyomódás görbék dinamikus mikrokeménység-mérés során Al-Mg ötvözet esetén.

a Vickers-mikrokeménység függése látható a benyomódási mélység függvényében, aminek alapján a jelenség úgy is értelmezhető, hogy lokális lágyulások és keményedések egymásutánisága lép fel az anyagban, a mikrokeménység kvázi-periodikusan oszcillál. Ez a jelenség megfelel az egytengelyű nyújtásoknál megfigyelt PLC-effektusnak. Ezt támasztja alá, hogy mindkét mérési mód esetében a jelenség egymást követő lassú és gyors deformációsebesség-tartományok és a hozzájuk tartozó mikrokeménység- és feszültségugrások alakjában jelentkezik.

A benyomódási instabilitást mutató görbék leírását megkönnyíti, hogy a lépcsők viszonylag szabályosan fejlődnek és azonos mérési körülmények mellett jól reprodukálhatók. Az instabilitási lépcsők fejlődésének kinematikai jellemzésére [103–106] a h_c és F_c kritikus benyomódás és erő, illetve a lépcsők adott $F-h$ pontban megállapított ΔF magassága és Δh szélessége használható. A lépcsők fejlődésének vizsgálata során a $\Delta h/h$ és $\Delta F/F$ mennyiségek állandóságát kapták, azaz az instabilitási folyamatot jellemző ΔF lépcsőmagasság és Δh lépcsőszélesség arányos az F erővel, illetve a h benyomódási mélységgel. Az alkalmazott ν erősebességet csökkentve a lépcsők alakja szögletesebb, a lépcsők vízszintes része laposabb, meredek része nagyobb lesz, az F_c kritikus erő pedig csökken. Ez utóbbi kapcsolatnál megfigyelték, hogy az F_c kritikus erő egyenesen arányos a ν erősebességgel: $F_c = \nu t_c$, jelezvén, hogy bármilyen erősebességnél az instabilitás mindig ugyanannál az átlagos deformációsebességnél ($\dot{\epsilon} \propto \frac{1}{t_c}$) jelentkezik. Az Al-3%Mg ötvözet esetében pl. $t_c \approx 7.3$ s-ot kaptak. Különböző koncentrációjú ötvözeteknél megállapították, hogy csökkenő ötvözőkoncentrációval a h_c kritikus benyomódás hatványfüggvényszerűen növekszik, és egy bizonyos

koncentráció alatt az instabilitási jelenség nem figyelhető meg [101]. Al–Mg ötvözetek esetén kritikus koncentrációra 0.86 tömeg%-ot kaptak. Szakdolgozatomban a lépcsők kinematikai paramétereinek koncentrációfüggését tanulmányozva megállapítottam, hogy a koncentráció növelése ugyanolyan hatással van a lépcsők paramétereinek alakulására, mint ami az erősebesség csökkentésével volt megfigyelhető [107]. Ugyanitt több kinematikai paraméter alapján a kritikus koncentrációra 0.94 tömeg% adódott.

A mélységérzékeny mikrokéménység-mérések során tapasztalt plasztikus instabilitások jól jellemezhetőek dinamikailag egy olyan reológiai modellel, ahol a benyomófejet egy lineárisan növekvő erő gyorsítja, a lassításért pedig egy nemlineáris karakterisztikájú rugó és egy viszkózus test mellett egy N alakú $\Delta HV-\dot{\epsilon}$ összefüggést tartalmazó tag felel [105].

1.5. A dolgozat célkitűzései

Dolgozatom az ötvözőatomok hatásának vizsgálatát tűzte ki célul mind stabil szilárdoldatú, mind túltelített Al ötvözetekben. Szilárdoldatok esetében az Al–Mg modellötvözeteken keresztül a képlékeny alakváltozás során fellépő alakítási instabilitások ötvözőkoncentráció-függését tanulmányozom. Ilyen irányú szisztematikus tanulmányok a szakirodalomban eddig nem jelentek meg. Kísérleti adatok alapján újra áttekintem a jelenség leírására szolgáló modelleket. Célom továbbá, hogy többféle mérési módszerrel megvizsgáljam a jelenséget, és megtaláljam a megfelelő karakterisztikus paramétereket, melyekkel mikroszkopikus folyamatok is tanulmányozhatóak. A túltelített ötvözetek esetében azt vizsgálom, hogy Al–Zn–Mg szilárdoldatok szétesésekor megjelenő kiválások milyen kinetika szerint képződnek, illetve milyen hatással vannak ezek a kiválások az ötvözetek képlékeny alakváltozására.

2. fejezet

Vizsgálati módszerek és vizsgált anyagok

2.1. Vizsgálati módszerek

2.1.1. Egytengelyű homogén deformációk

Az anyagtudományban az egytengelyű nyújtás az egyik legelterjedtebb mérési módszer a képlékeny alakváltozás vizsgálatában. A mérések során időben mérjük, hogy mekkora erő (F) hatására mekkora megnyúlás (l) lépett fel a minta hosszában. A mért erő–megnyúlás görbe viszonylag könnyen átalakítható mintafüggetlen, az anyagra jellemző feszültség (σ) és deformáció (ε) paraméterek összefüggésévé. Fő előnye, hogy az alakváltozás során létrejött deformációs és feszültségi terek leírása egyszerű, a megfigyelt mennyiségekkel könnyen összhangba hozható. A plasztikusan deformálódott test térfogata közel állandónak tetelezhető fel az alakítási folyamatban, homogén anyagok esetében az alkalmazott feszültség a minta minden keresztmetszetében megegyezik [108].

Az egytengelyű deformáció irányát tekintve megkülönböztetünk egytengelyű nyújtást és összenyomást. Nyújtás során a mintát két szorítópofa közé rögzítik, amelyek jelentős merőleges erőt fejtenek ki a próbatestre. Ennek a zavaró hatásnak elkerülésére speciális, „kutyacsont” alakú mintát alkalmaznak, így a homogén deformáció a keskenyebb, középső részen megy végbe. Ehhez a deformációs módhoz viszonylag nagy mintákat szükséges előállítani, a zavartalan deformáció viszont biztosított. Összenyomás esetén nem szükséges rögzíteni a minta két

végét, így a merőleges erők zavaró hatását sem kell kiszűrni speciális alakú mintákkal, elég a henger alakú mintát a két fej közé illeszteni. Előnye tehát, hogy a minta alakja nem speciális, és ennél fogva kisebb mennyiségű anyagból is mintát lehet készíteni. Hátránya, hogy deformáció közben hordósodás lép fel, mely következtében a minta egyes keresztmetszeteiben a feszültség nem tekinthető állandónak. Kis deformációknál ugyanakkor ez a hatás elhanyagolható.

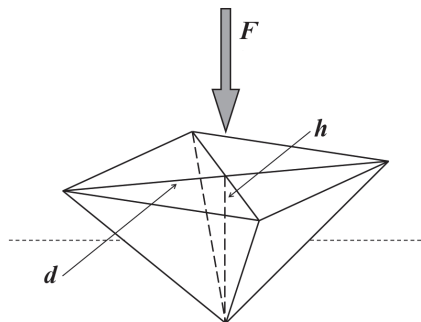
Az alakítás során vagy a deformációsebességet, vagy a feszültségsebességet tartják közel állandó értéken. Az előbbi esetben a befogófejek állandó sebessége (deformációsebesség-vezérlés), az utóbbinál pedig az állandó erősebesség (feszültség-vezérlés) valósul meg. Elméleti szempontból a PLC-effektus tér- és időbeli aspektusának vizsgálatára a feszültségvezérelt mérési mód használata sokkal célravezetőbb, mert a sávok haladási mechanizmusa és a jelenség paraméterei alig (ideálisan egyáltalán nem) függenek a gépi hatásoktól, és így gépegyenletre nincsen szükség az elméleti leírásban. Ennek ellenére a plasztikus instabilitások vizsgálata túlnyomó részben deformációvezérelt módon történt. Ennek oka részben abban keresendő, hogy technikailag az állandó deformációsebesség biztosítása sokkal könnyebben megoldható, mint az állandó feszültségsebesség (és nem erősebesség) előállítása. Az utóbbi időben azonban újból nagyobb hangsúlyt kaptak a feszültségvezérelt mérések, és az első technikailag is alaposan kivitelezett, szisztematikus, átfogó, állandó feszültségsebességgel végrehajtott vizsgálatok is megtörténtek a megfelelő elméleti háttér kidolgozásával együtt [66, 68–70, 73].

Megjegyzem, hogy a deformációvezérelt mérésekhez hasonlóan, ahol az instabilitási jelenség során kapott feszültségesések nagyságát jelentősen befolyásolja a mérést végző gép válasza, a feszültségvezérelt mérések is nagyon érzékenyek a mérőgép vezérlési paramétereire és válaszadási sebességére. A tökéletes feszültségvezérlés nem engedne meg feszültségesést a PLC-sávok kialakulásakor bekövetkező deformációs lavina megindulásakor, hanem azonnal megnövelné a gép sebességét a megnövekedett deformációsebességnek megfelelően. A gép tehetetlensége miatt ez nem következik be, így összességében a feszültség egy kicsit visszaesik [68]. Az irodalomban találunk példát ennek az effektusnak a csökkentésre a minta és fej közé beépített rugó segítségével [66, 68–70, 73], de a megoldás még gyors vezérlés mellett sem egyszerű.

A fentiek figyelembe vételével méréseinkben az elektronikusan jól kontrollálható erővezérelt összenyomásokat alkalmaztuk. A keresztmetszet növekedése miatt a dolgozatomban megadott feszültségsebességek mind kezdeti feszültségsebességek, melyek a deformáció előrehaladtával csökkentek. Ott, ahol ennek lényeges szerepe volt (3.2. fejezet), ezt a csökkenést figyelembe vettem.

2.1.2. Mélységérzékeny mikrokeménység-mérés

Noha az anyagtudományban az egytengelyű deformáció az egyik legelterjedtebb vizsgálati módszer, hátránya, hogy viszonylag nagy méretű és homogén minták készítését igényli. A vizsgálandó anyag kis mennyisége vagy in-situ vizsgálatok igénye vezetett el a benyomási vizsgálatokhoz, a keménységméréshez. A szűrő keménységvizsgálatok esetében egy szabályos geometriai alakú mérőfejet nyomnak ismert, állandó erővel a minta felületébe merőlegesen (2.1. ábra). A keménységet (H) a mérőfejre ható F erő és a mintában keletkezett lenyomat A felületének hányadosaként definiálták: $H = F/A$. A kapott keménység erősen függ a benyomófej geometriájától. A tudományos kutatásokban többféle geometriájú benyomófej terjedt el. Méréseinkben a Vickers-fejet használtuk, mely egy négyzet alapú gyémántpiramis, melynél a szemközti háromszöglapok síkja által bezárt szög 136° . A fej négyzet alakú lenyomatot hagy a mintában, amelynek d átlóját lemérve és a fej geometriai adatait felhasználva a Vickers-



2.1. ábra. Szűrő keménységvizsgálatok sematikus ábrázolása.

keménység meghatározható [109]:

$$HV = 1.8544 \frac{F}{d^2}. \quad (2.1)$$

Szűrő vagy statikus keménységmérések különböző méretskálán valósíthatók meg, ennek megfelelően létezik makrokeménység-mérés, a benyomási méreteket csökkentve nagyjából 50 μm alatt mikrokeménységekről beszélünk, míg újabban a 100 nanométeres tartományban nanokeménység-mérés zajlik.

Mélységérzékeny mikrokeménység-mérés során egy kis méretű gyémántfejet nyomnak a minta felületébe állandó benyomási vagy erősebességgel. A mérések zömében az erősebességet tartják állandónak. Mikor az erő eléri a kiválasztott maximális értéket, az erő ugyanolyan sebességű csökkenésbe kezd, miközben a fej visszafele mozog. A folyamatot számítógép vezérli és ugyanez rögzíti a folyamat során az erő-benyomási mélység görbét. A görbe jellegzetes jegyeiből az anyagok mechanikai tulajdonságaira lehet következtetni. A görbék alakja függ a fej geometriájától, az erősebességtől, a hőmérséklettől és az anyagjellemzőktől [106].

A mélységérzékeny mikrokeménység-mérésnek több előnyét lehet felsorolni a statikus keménységmérési módszerekkel szemben. Először is mikrométeres tartományban a kicsiny nyom karakterisztikus mérete nagy bizonytalansággal mérhető csupán, így a keménység mérésében is nagy hibák lehetnek. Dinamikus mérések során nem a nyom alakját, hanem a benyomódási mélységet mérjük igen nagy pontossággal ($\sim 10 \text{ nm}$), és geometriai összefüggések alapján következtetünk a nyom projektált felületére és így a keménységre. Például Vickers-fej esetén $d = 7h$, így a (2.1) egyenlet a következőképpen alakul:

$$HV = 0.038 \frac{F}{h^2}. \quad (2.2)$$

További előnye a dinamikus méréseknek, hogy a keménység mélységprofiljának mérése lehetővé teszi gradiensanyagok vagy keménységüket dinamikusan változtató anyagok vizsgálatát. Az alakítási sebesség értéke változtatható, így a keménység sebességfüggése elemezhető. A mérési görbékéből a minta sok mechanikai paramétere meghatározható (pl. Young-modulusz, folyáshatár, szakítószilárdság, stb.). A módszer alkalmas feszültségindukált fázisátalakulások, kú-

szás, bevonatok felületi repedéseinek és mikroszerkezeti folyamatok vizsgálatára [51, 106, 109].

A mérések során erő–benyomódási mélység görbékét kapunk. Az F – h görbét, feltételezve, hogy a keménység értéke nem függ a benyomódási mélységtől, a (2.2) egyenlet alapján egy tisztán négyzetes függvény írja le. A tapasztalat azonban azt mutatja, hogy ez az összefüggés nem igaz, az optikailag mért hagyományos mikrokeménység-értékek eltérnek a dinamikus mérések eredményeitől. A HV keménység általában nő csökkenő terhelés mellett. Ezt a jelenséget nevezik benyomódási mérethatásnak. Eredete nem teljesen tisztázott, de valószínűleg szerepe van benne a fej és anyag közötti súrlódásnak, a benyomófej geometriájának tökéletlenségének és az ún. geometriailag szükséges diszlokációknak [106].

A mérethatást egyik következménye, hogy a mért F – h görbék a tisztán négyzetes összefüggés helyett sokkal jobban leírhatók vagy egy $F = A_F h^r$ alakú hatványfüggvénnyel [101, 106], vagy egy $F = c_1 h + c_2 h^2$ alakú másodrendű polinommal [103, 105, 106]. Az r kitevő értéke 2-nél kisebb jelezvén a mérethatást, alumíniumötvözetek esetén 1.75 és 1.9 közé esik [106].

2.1.3. Kisszögű röntgenszórás

A kisszögű röntgenszórás (Small Angle X-Ray Scattering – SAXS) egy monokróm röntgennyalábbal megvilágított minta direkt nyaláb körüli, kis szögek tartományába eső sugárzás intenzitásviszonyainak vizsgálata. Ebben a szögtartományban a szórási tulajdonságokból nano- és mikrométerű szerkezetekről kapunk információkat. A szórt sugárzás intenzitáseloszlásából és mértékéből meghatározható a mátrixban elhelyezkedő részecskék átlagos mérete, alakja, eloszlása és térfogati hányada [110–116].

A reciproktér origója körül felírt I intenzitás eloszlása diszperz részecskeeloszlás esetén a következő alakban írható [9]:

$$I(q_s) = n_p V_a V_p^2 (\Delta\rho)^2 i_p(q_s), \quad (2.3)$$

ahol n_p a térfogategységben levő részecskék száma, V_p a részecskék átlagos térfogata, V_a az atomi térfogat, $\Delta\rho$ a részecske és a mátrix átlagos elektronsűrűségének különbsége, $i_p(q_s)$ az egyetlen részecske által szórt sugárzás átlagos intenzitáseloszlás-függvénye, végül q_s a diffrakciós vektor hossza.

A (2.3) egyenletben megadott $i_p(q_s)$ intenzitáseloszlásból a szögek különböző tartományában a szóró részecskék különböző tulajdonságaira lehet következtetni [9]. Egészen kis szögek tartományát Guinier-régióknak hívják, ebben $i_p(q_s)$ függetlenül a részecskék alakjától az alábbi exponenciális függvénnyel írható le [110, 111]:

$$i_p(q_s) = \exp\left(-\frac{q_s^2 R_g^2}{3}\right), \quad (2.4)$$

ahol az R_g a részecskékre jellemző méret, az ún. Guinier- vagy girációs sugár. Kis szögeknél így a részecskék méretére lehet következtetni. Nagyobb szögeknél a részecskék alakjára vagy elhelyezkedésére vonatkozó információk nyerhetők ki. Még nagyobb szögek tartományában, a Porod-régióban az $i_p(q_s)$ intenzitáseloszlás aszimptotikus viselkedése a

$$i_p(q_s) = \frac{2\pi S_p}{V_p^2 q_s^4} \quad (2.5)$$

kifejezéssel adható meg, ahol S_p a részecskék átlagos felülete [9, 110, 111]. Az intenzitáseloszlásból tehát ebben a régióban a részecskék felületének és térfogatának hányada olvasható ki. Az integrális intenzitás (Q) meghatározásánál az integrálást az egész reciproktérre el kell végezni [9]:

$$Q = \int_0^\infty I(q_s) q_s^2 dq_s. \quad (2.6)$$

Feltételezve, hogy az inhomogenitások és a mátrix elektronsűrűsége jól elkülönül egymástól, akkor f_v -vel jelölve a részecskék térfogati hányadát a (2.6) egyenlet a következő lesz:

$$Q = f_v(1 - f_v)(\Delta\rho)^2 V_a. \quad (2.7)$$

A görbe alatti terület eszerint a szóró részecskék térfogatával közel arányos mennyiséget ad.

SAXS-ot elsősorban a makromolekulák, polimerek, kolloid oldatok kutatásában alkalmazzák, fémfizikában gyakran alkalmazzák fémek és ötvözetek esetében inhomogenitások és kiválások vizsgálatára, mivel a vizsgálni kívánt inhomogenitások elektronsűrűsége az esetek többségében elegendő mértékben eltér a mátrix elektronsűrűségétől.

2.2. Vizsgált anyagok és előkészítésük

2.2.1. Stabil szilárdoldatok: Al–Mg ötvözetek

Ötvözők hozzáadásnak a képlékeny tulajdonságokra gyakorolt hatását stabil és túlteltett szilárdoldatok esetében vizsgáltuk. Stabil szilárdoldatoknál vizsgálatainkat Al–Mg ötvözeteken végeztük. Ezekben a binér modellötvözetekben a Mg ötvözőatomok nagyobb méretük miatt ugyan nehezebben tudnának diffundálni a mátrixrácsban, a diszlokációkkal viszont erősebb vonzó kölcsönhatásba tudnak lépni [82]. Emiatt képlékeny alakváltozás során a Mg atomok viszonylag könnyedén képesek elmozdulni, befolyásolva a diszlokációk mozgását, és ezáltal a deformáció mechanizmusát.

Vizsgálatainkat kétféle mérési módszerrel, mélységérzékeny dinamikus mikrokeményiség-méréssel és egytengelyű összenyomással végeztük ezeken az ötvözeteken. A minták előkészítése mindkét mérési mód előtt ugyanúgy történt. A belső inhomogenitások elkerülése, illetve a szilárdoldat állapot elérése érdekében oldó hőkezelést végeztünk 470 °C-on 30 percig, majd ezt követően szobahőmérsékletű vízbe ejtve edzettük a mintákat.

A 0 és 7.5 tömeg% között változó Mg-koncentráció hatását elsősorban dinamikus mikrokeményiség-mérésekkel vizsgáltuk. Az alkalmazott ötvözetek laboratóriumi tisztaságúak voltak. A mérésekhez 8 mm átmérőjű és 2 mm vastagságú korongokat használtunk. Az oldó hőkezelést és edzést követően a minta előkészítése és hőkezelése során kialakult felületi réteget elektropolírozással távolítottuk el. Ennek következtében a tényleges mérések az edzés után nagyjából 10 perccel kezdődtek. A mérésekhez egy Shimadzu DUH 202 márkajelzésű mélységérzékeny mikrokeményiség-mérőt használtunk Vickers-gyémántfejvel. A mérések során egy számítógép segítségével vettük fel a benyomódási mélységet (h) és az alkalmazott erőt (F) az idő (t) függvényében. Az alkalmazott erőt 14 mN/s sebességgel növeltük egészen a 2000 mN-os maximális terhelésig minden esetben. Mindegyik koncentrációnál több mérést végeztünk. Az eredményeknél feltüntetett értékek átlagértékek, az ábrákon pedig igyekeztünk tipikus görbéket bemutatni.

A magnézium hatását egytengelyű összenyomásokkal is vizsgáltuk 0.5, 1, 2 és 3 tömeg%-os magnéziumkoncentrációjú Al–Mg ötvözeteken. Az anyag salaköntéssel készült, kb. 1 cm átmérőjű rudak formájában állt rendelkezésre. Ezekből 6 mm átmérőjű és 8 mm magasságú hengereket készítettünk. A fent említett

módon elvégzett oldó hőkezelés és edzés után a méréseket egy MTS 810 márka-jelzésű szervohidraulikus mérőberendezésen végeztük szobahőmérsékleten, 0,5, 5 és 50 N/s-os állandó erősebességet alkalmazva. Ez utóbbi kb. 0,02, 0,2 és 2 MPa/s nagyságú kezdeti feszültségsebességnek felel meg, és a mérések során mindaddig ennyinek tekinthető, amíg a minta keresztmetszetének területe nem változik meg jelentős mértékben. Ebben az esetben is számítógép segítségével rögzítettük az alkalmazott erőt (F) és a mintahossz változását (Δl) az idő (t) függvényében. Minden koncentráció esetében több mintán is elvégeztük a méréseket, így itt is átlagértékeket és tipikus görbéket közlünk.

2.2.2. Túltelített ötvözetek: az Al–Zn–Mg ötvözetcsalád

Túltelített szilárdoldatok szétesésének a képlékeny alakváltozásra gyakorolt hatását az Al–Zn–Mg ötvözetcsaládon tanulmányoztuk, amely igen fontos szerepet játszik ipari alkalmazásokban a viszonylag alacsony sűrűség mellett megnyilvánuló kiemelkedő mechanikai tulajdonságainak köszönhetően. A kiváló mechanikai paramétereket a különböző nemesítési folyamatok idézik elő. A mechanikai tulajdonságok javulása a tiszta alumíniumhoz képest már szobahőmérsékleten is jelentős lehet a GP-zónák képződésének köszönhetően.

A nagy tisztaságú (4N) alumíniumból és ötvözőkből készült túltelített ötvözetek mechanikai tulajdonságait mélységérzékeny dinamikus mikrokeménység-méréssel vizsgáltuk. A méréseket két különböző összetételű Al–Zn–Mg(–Cu) ötvözetben végeztük el. Az egyik egy 5N tisztaságú alumíniumból és 4N tisztaságú ötvözőkből készült Al–5.7%Zn–1.9%Mg ötvözet volt, a másik mintacsoport ezek mellett rezes is tartalmazó Al–5.7%Zn–1.9%Mg–0.35%Cu ötvözetből került ki (az ötvözőtartalom súlyszázalékban értendő). A mintákat előkészítésük során szintén 470 °C-on 30 percig tartó oldó hőkezelést követően szobahőmérsékletű vízbe ejtve edzettük, majd felületüket elektropolírozással készítettük elő a mérésekhez. Mivel vizsgálódásainkat a hevertetési idő függvényében végeztük, ezért érdemes megemlíteni, hogy a méréseket az edzéstől számított 10–15. percben minden esetben elkezdtük.

A mikroszerkezeti vizsgálatokat a trieszti szinkrotronban kisszőgű röntgenszórással végeztük, mivel ez a módszer ad lehetőséget kis méretű diszperz részecskék megfigyelésére a mátrixban. Ehhez ugyancsak kétféle ötvözetet hasz-

náltunk, az egyik összetételében megegyezett a fentebb említett első ötvözzel, a másik egy rezes és cirkóniumot is tartalmazó Al-5.7%Zn-1.9%Mg-1.4%Cu-0.14%Zr ötvözet volt, amely összetételében nagyon hasonlít a 7040, 7050 és 7075 jelzésű ipari ötvözetcsaládra. A mérésekhez mindkét ötvözetnél kb. 20 mm hosszú és 1 mm vastag téglalap alakú mintákat használtunk. Különböző hőmérsékleten (420–600 °C) és különböző ideig (900–4500 s) végzett oldó hőkezelés után a mintákat szobahőmérsékletű vízbe ejtve edzettük, majd ezt követően azonnal a mintatartóba vittük a mérés elvégzése céljából. A dekompozíció korai szakaszának vizsgálata érdekében a méréseket a lehető leghamarabb elindítottuk, tipikusan 2 percen belül.

A kisszögű röntgenszóráshoz 16 keV-os ($\lambda = 0.77 \text{ \AA}$) fotonok nagy fluxusú fókuszált nyalábját használtuk. A kisszögű szórás intenzitáseloszlását egy gázzal töltött lineáris pozícióérzékeny detektor rögzítette. A diffrakciós mintákat számítógép mentette el. Az öregedési idő első 60 percében 60 s hosszú időkereteket használtunk a mérésekhez, később az időkeretek hosszát fokozatosan 900 s-ig növeltük.

A mért spektrumokból a fizikai spektrumokat az alábbiak szerint határoztuk meg. A szórási vektort ezüst-behenát standarddal kalibráltuk. Miután a mérési összeállításból származó szükséges korrekciókat végrehajtottuk, az intenzitásokat egységnyi időre, intenzitásra, térfogatra és mintavastagságra normalizáltuk. A Laue és fluoreszcens szórásból származó intenzitásjárulékokat állandónak feltételeztük a kisszögű szórás általunk vizsgált szögtartományában, és a háttér részeként kezeltük. Ezzel a feltételezéssel a háttérrel úgy vontuk le, hogy a szórási görbék minimuma elérje a nulla szintet.

3. fejezet

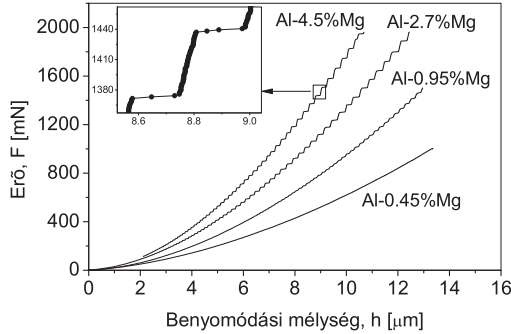
Saját eredmények

3.1. Ötvözőatomok hatása szilárdoldatú Al–Mg ötvözetek mechanikai tulajdonságaira, a Portevin–Le Châtelier-effektus ötvözőkoncentráció-függése [S3, S4]

Stabil szilárdoldatú Al–Mg ötvözeteket vizsgáltunk dinamikus mikrokeményiség-méréssel és egytengelyű összenyomással – az ötvözők hatásának megfigyelése céljából – széles Mg-koncentráció tartományban. Vizsgálódásunk homloktérében elsősorban az állt, hogy az ötvözőkoncentráció változása milyen hatással van a PLC-effektus jellemző tulajdonságaira.

3.1.1. Mg adalék hatása a képlékeny alakváltozás jellemzőire dinamikus mikrokeményiség-mérés során

A 3.1. ábra néhány tipikus, különböző magnéziumkoncentrációjú Al–Mg mintán dinamikus mikrokeményiség-mérés során kapott erő–benyomódási mélység ($F-h$) görbét mutat. Látható, hogy a változó Mg-tartalom erősen befolyásolja a benyomási görbéknek mind globális, mind pedig lokális viselkedését. Egyrészt a magnézium hozzáadása növeli az anyag szilárdságát, amit abban figyelhetünk meg, hogy ugyanakkora benyomódási mélységhez nagyobb erő tartozik a növekvő magnéziumtartalommal, a görbék egyre meredekebbek. A lokális viselkedést



3.1. ábra. Erő-benyomódási mélység görbék különböző koncentrációjú Al-Mg ötvözet esetén.

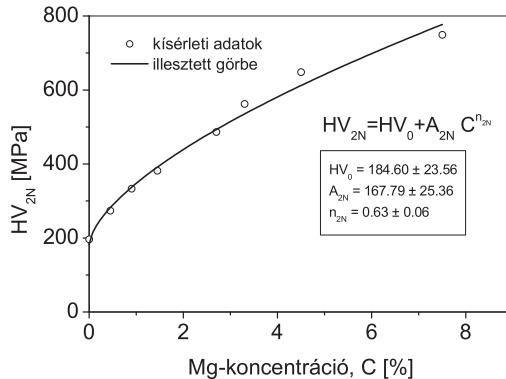
illetően ugyanakkor kétféle görbét különböztethetünk meg. Kis (0.45%-os) Mg-koncentrációnál a mért görbe sima, nagyobb Mg-koncentrációknál azonban szabályosan fejlődő lépcsők jelennek meg az $F-h$ görbékben. Érdemes megjegyezni, hogy a vizsgált Al-Mg minták esetében a benyomódási görbék jól reprodukálhatóak voltak, szobahőmérsékleten tárolva időben semmilyen változást nem mutattak a lépcsők megjelenését és fejlődését illetően az edzést követő második év után sem, ami viszonylag stabil mikroszerkezetre utal.

3.1.1.1. Az ötvözőkoncentráció globális hatása a szilárdságra

Minden görbénél a maximális terheléshez ($F_{max} = 2 \text{ N}$) tartozó benyomási mélységet véve a (2.2) egyenlet alapján megkapható a Vickers-féle keménység, HV_{2N} . Ez a mennyiség – mivel a görbe globális viselkedéséből származik – globális tulajdonságnak tekinthető, és így nyilvánvalóan függ az anyag ötvözőtartalmától. A 3.2. ábra mutatja a HV_{2N} globális keménységet a magnéziumkoncentráció függvényében. A pontpárokra jól illeszthető egy

$$HV_{2N} = HV_0 + A_{2N} \cdot C^{m_{2N}} \quad (3.1)$$

alakú hatványfüggvény a 3.2 ábrán feltüntetett illesztési paraméterekkel. Ebből megállapítható, hogy az n_{2N} kitevőre 0.63 ± 0.06 értéket kaptunk, amely kitűnő



3.2. ábra. Az Al-Mg minták HV_{2N} globális mikrokeménységének függése a C ötvözőkoncentrációtól.

összhangban van a szilárdoldatos keményedésnek az 1.1.1. fejezetben tárgyalt elméletével. Ez az érték ugyanis arra utal, hogy az ötvözőatomok hatása a globális szilárdságra a Labusch és Nabarro nevével fémjelzett statisztikai modellel írható le, mely a folyáshatár-növekedést nem egyedi oldott atom–diszlokáció kölcsönhatással határozza meg, hanem a diszlokáció vonala mentén statisztikusan elhelyezkedő ötvözőatomok hosszú hatótávolságú feszültségteréből származtatja. Ekként egy szilárdoldatban a folyásfeszültség az ötvözőkoncentráció $2/3$ -os hatványával növekszik.

3.1.1.2. Az ötvözőkoncentráció lokális hatása: alakítási instabilitások

A 3.1 ábrán megfigyeltük, hogy bizonyos magnéziumkoncentráció fölött jellegzetes lépcsők jelennek meg az erő–benyomódási mélység görbékben. Az 1.4.5. fejezetben említettük, hogy a benyomódási görbékben mutatkozó lépcsők alakítási instabilitást jeleznek, melynek során alapvetően két állapot váltogatja egymást. Az egyikben a benyomófej nagyjából állandó benyomási mélység mellett egyre növekvő terhelést fejt ki, majd szinte állandó terhelés mellett gyorsan nyomódik a mintába, sebessége ugrásszerűen változik a lassú és gyors tartományok között a két állapotnak megfelelően. Ezek eredményeképpen lokális keményedé-

sek és lágyulások egymásutánisága jellemzi a deformációs folyamatot. Az $F-h$ görbék alakját végső soron meghatározza egy lassan változó, az anyag globális viselkedéséből fakadó sima görbe, valamint egy erre ráakadó, az abszolút lokális folyamatként jelentkező plasztikus instabilitások következtében kialakuló lépcsők együttese.

Annak érdekében, hogy az instabilitási lépcsők megjelenését és fejlődését jellemeznünk tudjuk, az $F-h$ görbék globális viselkedéséért felelős lassan változó részét, ami megfelel a dinamikusan stabil fejlődésnek, mint alapvonalat kivontuk az eredeti $F_{mért}$ görbékből. Az alapvonalat nagyon pontosan lehet illeszteni (ld. 2.1.2. fejezet) egy

$$F_{illesztett} = A_F \cdot h^r \quad (3.2)$$

alakú hatványfüggvénnyel, ahol r egy 1.7 és 1.8 közötti kitevő, A_F pedig egy koncentrációfüggő együttható. Az illesztett görbének a mért görbétől való eltérése adja meg a globális viselkedéstől mentes, csupán a lokális folyamatokat jellemző $\Delta F-h$ görbét, ahol $\Delta F = F_{mért} - F_{illesztett}$.

Az így kapott görbékből az instabilitási lépcsők több paramétere vizsgálható. Az 1.4.5. fejezetben részletesen taglalt kinematikai vizsgálatok már alaposan felderítették a lépcsőparaméterek alakulását különböző anyagi és mérési jellemzők függvényében és ezekre kvantitatív magyarázatot is adtak. E vizsgálatok során elsősorban a lépcsők magasságát, szélességét, időbeni egymásutániságát vizsgálták a benyomódási mélység, illetve az alkalmazott erő függvényében. A szakirodalom korábban a terhelési sebesség szerepét vizsgálta ezekre a jellemzőkre, az ötvözőkoncentrációtól való függésüket egy korábbi dolgozatban mi figyeltük meg [107].

A háttérben álló mikroszkopikus folyamatok megértéséhez olyan paramétert célszerű vizsgálnunk, amely a lokális folyamatokért felelős plasztikus instabilitásokkal összefüggésbe hozható, azokat a lehető legjobban jellemzi. A plasztikus instabilitások egyik korai elemzője, Penning javaslata szerint egytengelyű nyújtásoknál egy N alakú $\sigma-\dot{\epsilon}$ görbe feltételezésével magyarázható az instabilitási effektust. Ezzel párhuzamba állítható, hogy a dinamikus mikrokeménység-mérések dinamikai vizsgálatai egy N alakú görbét feltételeznek a keménység és a fej sebessége között a jelenség modellezéséhez és leírásához [103, 105]. Mivel az N alakú görbének megfelelő $\sigma-\dot{\epsilon}$ reláció közvetlen kapcsolatba hozható

mikroszkopikus folyamatokkal, így az ugyancsak N alakú görbét eredményező $HV-h$ kapcsolat esetében is hasonló háttérrel feltételezhetünk. Az a paraméter tehát, amely hidat verhet a makroszkopikusan megjelenő és elemezhető lépcsők jellemzői és a mikroszkopikus folyamatokat figyelembe vevő elméletek között, valamint a mikroszkopikus folyamatokat legjobban jellemzi, a keménység, HV .

A lokális tulajdonságokat kifejező ΔF -ből a keménység definíciójának segítségével határozhatjuk meg a lokális viselkedéssel összefüggésben lévő lokális keménységet, ΔHV -t. A (2.2) egyenlettel $F_{mért}$ -ből és $F_{illesztett}$ -ből is származtathatók a megfelelő $HV_{mért}$ és a globális viselkedéssel kapcsolatos $HV_{illesztett}$ mennyiségek. A ΔHV lokális mennyiséget e kettő különbségéből kaphatjuk a $\Delta HV = HV_{mért} - HV_{illesztett}$ kifejezés segítségével. A keménység definícióját kifejező (2.2) egyenlet segítségével tovább alakítva

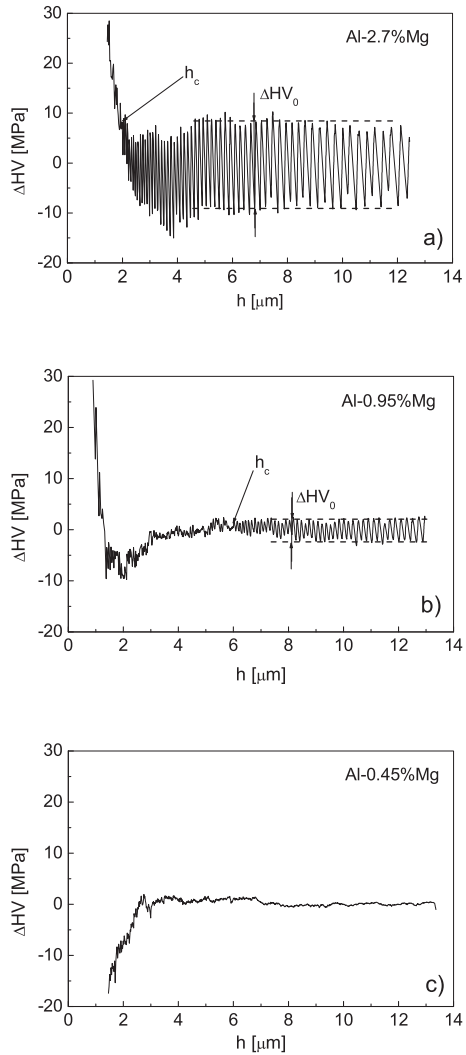
$$\Delta HV = c_{HV} \cdot \frac{F_{mért}}{h^2} - c_{HV} \cdot \frac{F_{illesztett}}{h^2} = c_{HV} \cdot \frac{F_{mért} - F_{illesztett}}{h^2}, \quad (3.3)$$

ahol $c_{HV} = 0.038$, és amelyből ΔHV és ΔF kapcsolatára a következőt kapjuk:

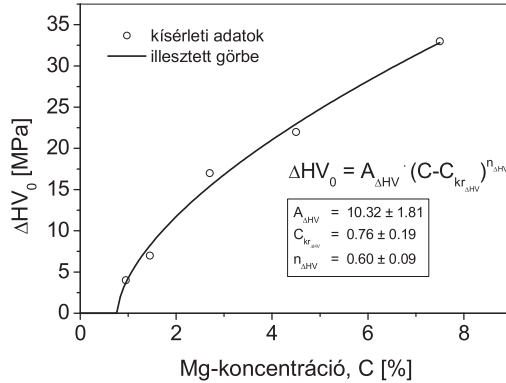
$$\Delta HV = c_{HV} \cdot \frac{\Delta F}{h^2}. \quad (3.4)$$

A 3.3. ábra néhány tipikus $\Delta HV-h$ görbét mutat különböző magnéziumkoncentrációknál. Látható, hogy nagyobb koncentrációknál a h_c kritikus mélység után szabályos ingadozás mutatkozik a mikrokeménységben, melynek amplitúdója, ΔHV_0 – egy gyors tranziens felnövekvés után – közelítőleg állandó. A $\Delta HV-h$ görbék világosan mutatják, hogy ΔHV_0 értéke a csökkenő magnéziumtartalommal csökken. Az is megfigyelhető, hogy az oszcillációk kezdése egyre nagyobb h_c értékek felé tolódik a csökkenő ötvöztartalommal. A 0.45 tömeg% magnéziumot tartalmazó minták esetében (3.3(c) ábra) ΔHV_0 értéke gyakorlatilag nulla végig a benyomás során. Ebben a mintában az adott vizsgálati körülmények mellett plasztikus instabilitások nem jelentkeznek. Ez az eredmény összhangban van korábbi eredményekkel (ld. 1.4.5. fejezet), melyek szerint a DSA megjelenéséhez egy kritikus koncentráció szükséges.

Minden egyes koncentrációnál történő mérés jellemezhető tehát egy ΔHV_0 értékkel. Ahhoz, hogy ennek a mennyiségnek a magnéziumkoncentrációtól való függését meghatározzuk, az egyes ΔHV_0 értékeket ábrázoltuk a névleges kon-



3.3. ábra. A $\Delta HV-h$ görbék (a) 2.7%-os, (b) 0.95%-os és (c) 0.45%-os magnéziumkoncentrációknál.



3.4. ábra. A mikrokeménység-növekmények amplitúdójának, ΔHV_0 -nak függése az ötvözőkoncentrációtól.

centráció, C függvényében a 3.4 ábrán látható módon. Az adatok elemzése azt mutatja, hogy a ΔHV_0 - C pontpárookra egy

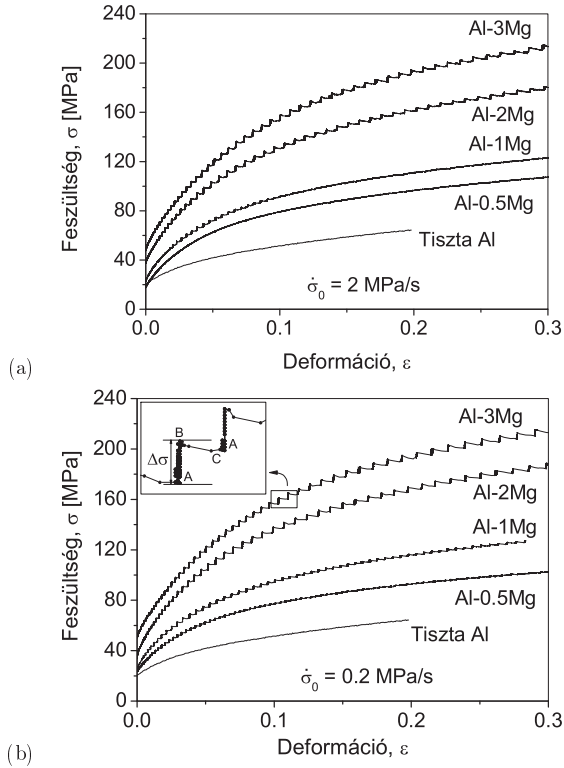
$$\Delta HV_0 = A_{\Delta HV} \cdot (C - C_{kr_{\Delta HV}})^{n_{\Delta HV}} \quad (3.5)$$

alakú hatványfüggvény illeszthető, ahol az $n_{\Delta HV}$ kitevő értéke közel esik $2/3$ -hoz. A kritikus koncentráció, $C_{kr_{\Delta HV}}$ értékére kb. 0.76 tömeg% magnéziumot kaptunk, az $A_{\Delta HV}$ együttható pedig egy konstans. A (3.5) egyenletben megfigyelhető tendencia – a növekvő ötvözőtartalommal növekedő ΔHV_0 – a DSA folyamatában résztvevő oldott atomok nagyobb számának következménye. Az egyenletből továbbá az is következik, hogy ha a magnéziumtartalom a kritikus koncentrációnak megfelelő 0.76 tömeg%-ra csökken, akkor ΔHV_0 nullához tart. Ez azt jelenti, hogy ha a magnéziumtartalom $C \leq 0.76$ tömeg%, akkor az adott vizsgálati körülmények mellett plasztikus instabilitások nem jelentkeznek. A kritikus koncentrációnak ez az értéke jó összhangban van korábbi kísérleti és elméleti adatokkal [101, 107].

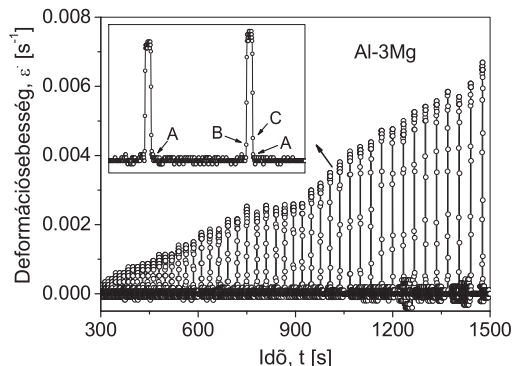
3.1.2. A képlékeny alakváltozás jellemzői egytengelyű összenyomás során

3.1.2.1. A koncentráció hatása a plasztikus tulajdonságokra

A 3.5. ábra néhány tipikus összenyomási feszültség-deformáció görbét mutat különböző Mg-koncentrációjú Al-Mg mintákon (a) 2 MPa/s és (b) 0.2 MPa/s kezdeti feszültségsebesség mellett. A 3.1.1. fejezetben ismertetett benyomódási görbékhez hasonlóan itt is jól megfigyelhető a változó magnéziumtartalom hatása az összenyomási görbéknek mind globális, mind pedig lokális plasztikus viselkedésén. Egyrészt a görbék globális alakja meggyőzően szemlélteti a magnézium jól ismert szilárdságnövelő hatását, ami a növekvő magnéziumkoncentrációval együtt növekvő folyásfeszültségben és alakítási keményedésben nyilvánul meg. A lokális viselkedést illetően a 3.5(a) ábra szerint ennél a deformációs módnál is kétféle görbe figyelhető meg: kis Mg-koncentrációknál a deformációs görbék simák, nagy koncentrációknál azonban jellegzetes, szabályosan fejlődő lépcsők jelennek meg rajta. A bevezetőben (1.4.2. fejezet) már említettük, hogy feszültségvezérelt egytengelyű deformációnál a karakterisztikus lépcsők megjelenése plasztikus instabilitások jelenlétére utal. Hasonlóan a mikrokeményesség-mérések során tapasztaltakhoz, ebben az esetben is két különböző állapot váltogatja egymást (ld. a 3.5 grafikon belső ábráját). A lépcsők meredek részén (AB) a deformáció nagysága alig változik, miközben a feszültség monoton növekszik $\Delta\sigma$ feszültségnövekményt eredményezve. Egy bizonyos feszültségértéket elérve az anyag lokálisan fellágyul, ami a deformációnak közel állandó feszültség mellett bekövetkező rendkívül gyors változásában jelentkezik (BC). A lokális plasztikus viselkedés felkeményedő-fellágyuló oszcilláló jellege jól nyomon követhető a 3.6 ábrán, ahol a deformációsebességet az idő függvényében ábrázoltuk. Megfigyelhető ezen az ábrán, hogy a plasztikus instabilitások jelenlétekor kis és nagy deformációsebességeknek megfelelő tartományok követik egymást. Végül még azt érdemes megjegyezni, hogy nem minden feszültségsebesség esetén figyelhető meg a két típusú görbe. Míg nagy sebességnél (3.5(a) ábra) az instabilitási lépcsők csak magasabb Mg-koncentrációnál jelentkeznek – a jelenség létrejöttéhez szükséges kritikus koncentrációra utalva –, addig alacsonyabb sebességeknél az általunk vizsgált magnéziumkoncentrációk mindegyikénél tapasztalható volt a lépcsős folyás, ahogy azt a 3.5(b) ábra mutatja. Ez azt jelenti, hogy az alkal-



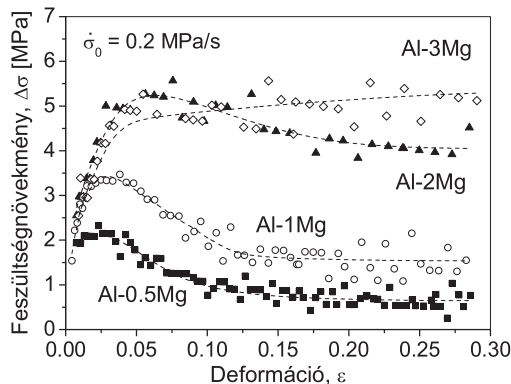
3.5. ábra. Feszültség-deformáció görbék különböző magnéziumkoncentrációknál (a) 2 MPa/s és (b) 0.2 MPa/s kezdeti feszültségsebességgel alakítva.



3.6. ábra. A deformációsebesség az idő függvényében Al-3Mg esetén 0.2 MPa/s kezdeti feszültségsebesség mellett.

mazott feszültségsebesség is jelentős szerepet játszik az anyag lokális plasztikus viselkedésében az alakítás során.

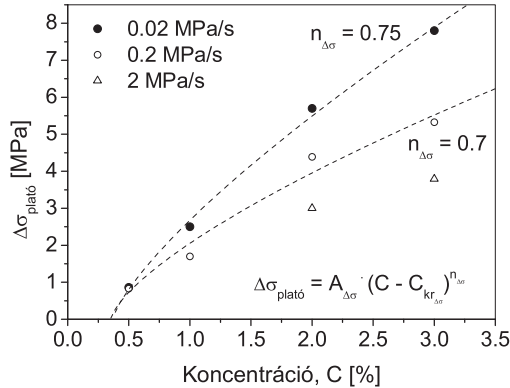
A minták lokális képlékeny viselkedéséért felelős plasztikus instabilitások jellemzése érdekében a görbéken megjelenő lépcsők paramétereit vizsgáltuk, kiemelt szerepet adva a $\Delta\sigma$ lépcsőmagasságnak. A lépcsők meredek részénél a deformáció állandósága ugyanis arra utal, hogy a mintában a diszlokációk döntő többsége átmenetileg nem mozog. Várakozás közben az oldott atomok köréjük gyűlnek, és akadályozzák őket a tovább haladásban. A monoton növekvő feszültség egy bizonyos értéket elérve kiszakítja a diszlokációkat az oldott atomok felhőjéből, és a nagy számú kiszabadult diszlokáció gyors mozgása rövid idő alatt bekövetkező viszonylag nagy deformációként jelentkezik makroszkopikus szinten. Ez utóbbi folyamat felel meg a lépcsők lapos részének. A gyorsan mozgó diszlokációk végül elakadnak különböző mechanizmusok és akadályok hatására, és minden kezdődik előlről. Ez az egész folyamat megfelel egy körnek a lassú és gyors deformációsebességű tartományok között a Penning által a PLC instabilitások magyarázatára javasolt N alakú σ - $\dot{\epsilon}$ görbén (ld. 1.5. ábra). A lépcső meredek részének feszültségnövekménye megegyezik az N alakú görbe emelkedő szakaszával az alacsony deformációsebességű tartományban, vagy másképpen az instabil (negatív deformációsebesség-érzékenységű) rész mélységével. A mak-



3.7. ábra. A $\Delta\sigma$ lépcsőmagasságok alakulása a deformáció függvényében különböző magnéziumkoncentrációjú Al-Mg mintákban 0.2 MPa/s feszültségsebességű alakítás során.

roszkopikus N alakú σ - ϵ görbe ugyanakkor előállítható mikroszkopikus folyamatokat figyelembe vevő dinamikus öregedési modellek segítségével (ld. például a Kubin-Estrin-modellt a 1.4.3.3. fejezetben), e görbe paraméterei tehát szoros kapcsolatban állnak a mikroszkopikus mechanizmusok fő jellemzőivel, és a PLC-effektust létrehozó DSA megértésére irányuló kutatások egyik fő vonalát adják. Következésképpen a feszültségvezérelt mérésekben a lépcsőmagasságként megjelenő $\Delta\sigma$ feszültségnövekmény megfelel az instabil rész mélységének, vagy ahogyan a szakirodalomban hívják, a DSA mélységének, ami a diszlokációk és oldott atomok kapcsolatát jellemzi a koncentráció, feszültségsebesség és deformáció bizonyos értékeinél. $\Delta\sigma$ vizsgálatával tehát a plasztikus instabilitásokat létrehozó mikroszkopikus folyamatok megértéséhez kerülünk közelebb.

A 3.7. ábra a 3.5(b) ábrán látható görbéről leolvasott $\Delta\sigma$ feszültségnövekmények alakulását mutatja a deformáció függvényében különböző magnéziumkoncentrációjú Al-Mg mintákban 0.2 MPa/s kezdeti feszültségsebességű összenyomás során. Az ábrán jól látszik, hogy a lépcsőmagasságok nem ugyanakkorák az alakítás során, szabályos fejlődésük van, amely erősen függ a magnéziumkoncentrációtól. Kis koncentrációk esetében $\Delta\sigma$ eleinte növekszik a kis deformációk tartományában, majd egy maximumon áthaladva csökkenni kezd, és nagy defor-



3.8. ábra. A $\Delta\sigma_{\text{plató}}$ a C magnéziumkoncentráció függvényében a vizsgált feszültségsebességek mellett.

mációknál ($\varepsilon > 0.12$) ellaposodik. Nagyobb koncentrációknál a görbék csökkenő része egyre jelentéktelenebb lesz, és a kezdeti növekvő tendenciát mutató régiót követően elérnek egy nagyjából vízszintes részt. A 2 tömeg% magnéziumot tartalmazó mintánál még megfigyelhető $\Delta\sigma$ kis csökkenése, a 3 tömeg%-os koncentrációjú minta viszont már nem mutatja a csökkenő szakaszt.

A koncentráció hatásának vizsgálata érdekében a szabályosan változó görbéket célszerű egyetlen karakterisztikus $\Delta\sigma$ értékkel jellemezni. Mivel a mikrokeményiség-méréseknél kapott $\Delta HV-h$ görbékre (3.3. ábra) az volt a jellemző, hogy a nagyjából állandó nagyságú ΔHV keménységnövekmények egy kezdeti tranzienst követően jelentkeztek, az egytengelyű összenyomások során megfigyelt $\Delta\sigma-\varepsilon$ görbék esetében is tekinthetjük a kis deformációknál jelentkező növekvő, illetve csökkenő szakaszt átmenetinek, és egy adott koncentráció és feszültségsebesség mellett mért $\Delta\sigma-\varepsilon$ görbéket a nagyobb deformációknál jelentkező vízszintes résznek megfelelő értékkel, a $\Delta\sigma_{\text{plató}}$ paraméterrel jellemezzük.

A 3.8 ábrán az ekként leolvasott $\Delta\sigma_{\text{plató}}$ értékeket ábrázoltuk a koncentráció függvényében különböző feszültségsebességek esetén. Az ábrán jól látszik, hogy adott feszültségsebesség mellett $\Delta\sigma_{\text{plató}}$ értéke monoton növekszik a növekvő magnéziumkoncentrációval. Mivel nagy feszültségsebességnél ($\dot{\sigma}_0 = 2$ MPa/s) és kis koncentrációknál ($C \leq 1$ tömeg% Mg) a mért $\sigma-\varepsilon$ görbéken lépcsőfej-

lődést, illetve platóértéket nem tapasztaltunk, kijelenthetjük, hogy ezekben a mintákban az adott vizsgálati körülmények között plasztikus instabilitások nem léptek fel. A nagy sebességnél történt mérések tehát egy kritikus magnéziumkoncentrációra utalnak, amely alatt az instabilitási effektus nem jelentkezik. Ez az eredmény jó összhangban van a mikrokeménység-mérések során megfigyeltelkel, valamint a DSA fizikai alapjaival. Kisebb feszültségsebességeknél történt méréseknél a kritikus koncentráció jelenlétére nincsen közvetlen utalás, mivel mindegyik koncentráció esetében fellépett a PLC-effektus. Ezekben az esetekben tehát a kritikus koncentráció $C_{kr\Delta\sigma} < 0.5$ tömeg% Mg.

Érdemes még megvizsgálni a feszültségsebesség hatását a platóértékek koncentráció függvényében megfigyelt alakulására. Növekvő feszültségsebesség egyre kisebb $\Delta\sigma_{plató}$ értékeket eredményez egy adott koncentráció esetén. Az a kísérleti tény, hogy kis feszültségsebességek esetében kis koncentrációknál is fellép az instabilitási effektus, nagy feszültségsebességeknél pedig csak a nagyobb koncentrációk esetében, arra utal, hogy a plasztikus instabilitások megjelenéséhez szükséges kritikus koncentráció erősen függ az alkalmazott feszültségsebességtől.

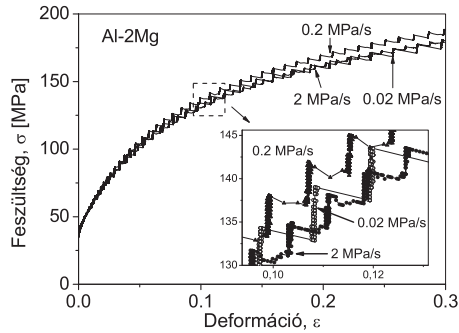
A $\Delta\sigma_{plató}-C$ kapcsolat jellemzésére a kapott mérési pontok kis száma miatt többféle megoldás is születhet. A vizsgálatok – főleg a mikrokeménység-méréseknél megfigyelt eredmények alapján – azt mutatják, hogy a pontpárok jól jellemezhetőek egy

$$\Delta\sigma_{plató} = A_{\Delta\sigma} \cdot (C - C_{kr\Delta\sigma})^{n_{\Delta\sigma}} \quad (3.6)$$

alakú hatványfüggvénnyel, ahol $A_{\Delta\sigma}$ konstans. Az illesztések során $n_{\Delta\sigma}$ kitevő értékére 0.02 MPa/s feszültségsebesség mellett 0.75, 0.2 MPa/s mellett pedig 0.7 adódott. A kritikus koncentráció mindkét esetben $C_{kr\Delta\sigma} \approx 0.35$ tömeg% magnézium volt. Ez azt jelenti, hogy ezeknél a feszültségsebességeknél ennél kisebb magnéziumkoncentrációjú Al-Mg mintában plasztikus instabilitás nem figyelhető meg. A legnagyobb feszültségsebesség esetén a pontok kis száma miatt az illesztést nem végeztük el.

3.1.2.2. A feszültségsebesség hatása a plasztikus tulajdonságokra

A 3.9. ábra mutatja a 2%-os magnéziumkoncentrációjú Al-Mg ötvözetben mért tipikus $\sigma-\varepsilon$ görbákat különböző feszültségsebességek mellett. A kísérleti ered-

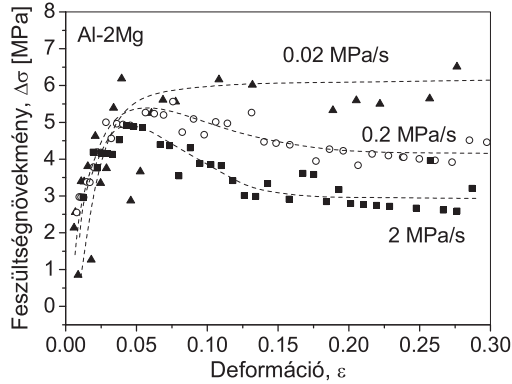


3.9. ábra. Feszültség–deformáció görbék különböző feszültségsebességű összenyomások során.

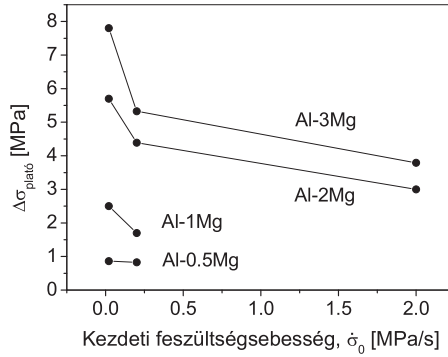
mények azt mutatják, hogy szobahőmérsékleten, ahol a termikus aktiválás hatása még nem olyan erős, a feszültségsebességnek gyakorlatilag nincsen hatása a globális feszültség–deformáció kapcsolatra. Egy adott ε deformációnál a globális σ – ε görbén mind a feszültség, mind pedig az alakítási keményedés mértéke statisztikai hibán belül ugyanakkora, miközben a feszültségsebességet három nagyságrenddel változtatjuk meg 0.02-ről 2 MPa/s nagyságúra emelve.

Ezzel szemben a lokális viselkedést illetően már jelentős különbség tapasztalható. Ahogy azt a 3.9. ábra belső grafikonja mutatja, a PLC-effektust jellemző $\Delta\sigma$ feszültségnövekmények meglehetősen érzékenyek mutatkoznak az alkalmazott $\dot{\sigma}_0$ feszültségsebességgel szemben. Egy adott deformációnál minél kisebb a feszültségsebesség, annál nagyobb $\Delta\sigma$ figyelhető meg. Ezt mutatja a 3.10. ábra, ahol a $\Delta\sigma$ lépcsőmagasságok alakulása figyelhető meg a deformáció előrehaladtával. A görbék alakját alapvetően a magnéziumkoncentráció nagysága határozza meg, a feszültségsebességnek csupán a görbék nagyságára, így a lapos résznek megfelelő $\Delta\sigma_{\text{plató}}$ értékére van hatása.

A $\Delta\sigma_{\text{plató}}$ -nak a feszültségsebességtől való függését a 3.11. ábra foglalja össze, ahol az általunk vizsgált összes magnéziumkoncentrációra feltüntetjük az adatokat. Az ábrán jól látszik, hogy növekvő feszültségsebesség kisebb lépcsőket



3.10. ábra. A $\Delta\sigma$ lépcsőmagasságok alakulása a deformáció függvényében különböző feszültségsebességű alakítás során Al-2súly%Mg mintánál.



3.11. ábra. A $\Delta\sigma_{\text{plató}}$ a $\dot{\sigma}_0$ feszültségsebesség függvényében a vizsgált Mg-tartalmak mellett.

eredményez egy adott koncentráció esetén. Kis koncentrációknál a legnagyobb alkalmazott feszültségsebesség esetén plasztikus instabilitások már nem figyelhetők meg. Következésképpen megállapítható, hogy egy adott koncentrációnál létezik egy kritikus feszültségsebesség, ami fölött plasztikus instabilitások már nem jelentkeznek. Esetünkben kis koncentrációnál ez az érték 0.2 és 2 MPa/s között van, míg nagyobb koncentrációknál valahol a 2 MPa/s-nál nagyobb feszültségsebességek tartományában. Mint már említettük, a kritikus feszültségsebesség léte, akárcsak a kritikus koncentráció létezése megfelel a DSA fizikai alapjainak.

Az Al-Mg ötvözetek lokális viselkedését összegezve elmondható, hogy a deformáció során jellegzetes lépcsők jelennek meg a globális σ - ε görbéken, amelyek plasztikus instabilitások jelenlétére utalnak. A DSA mélységének is nevezett, és az instabilitási effektus mikroszkopikus fizikai folyamataival kapcsolatos $\Delta\sigma$ lépcsőmagasságra vagy feszültségnövekményre azt kaptuk, hogy – miközben a deformáció függvényében szabályos és jellegzetes alakulást mutatnak – erősen függenek mind a magnéziumkoncentrációtól, mind az alkalmazott feszültségsebességtől. Növekvő magnéziumtartalommal és csökkenő sebességu alakítás során a megfigyelt feszültségnövekmények nagyobbak lesznek. Mindkét vizsgált paraméter esetén az instabilitási effektus jelentkezése egy kritikus értékhez köthető: egy bizonyos kritikus koncentráció alatt és kritikus feszültségsebesség fölött plasztikus instabilitások nem figyelhetők meg az alakítás során. Következésképpen az instabilitást jellemző $\Delta\sigma$ alakulását egy koncentráció-sebesség térben érdemes vizsgálni.

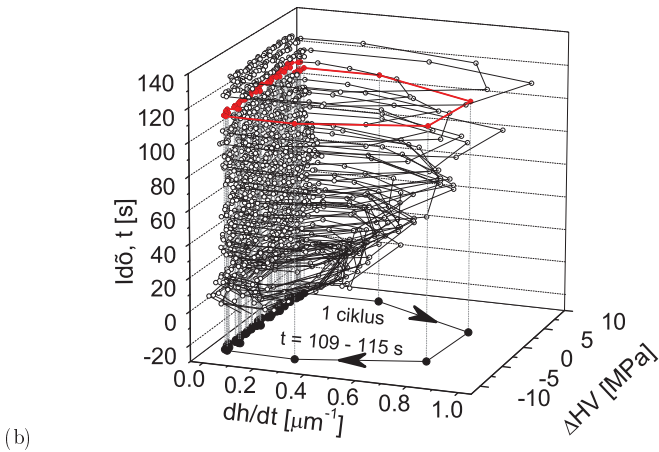
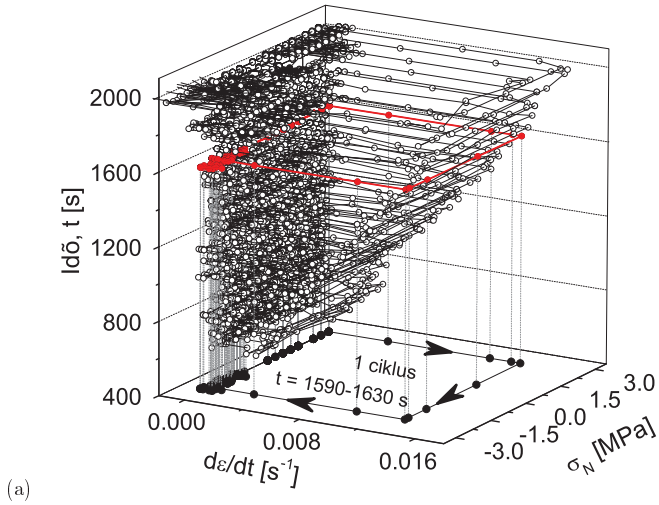
3.1.3. A dinamikus mikrokeménység-mérés és az egytengelyű összenyomás során kapott kísérleti eredmények összehasonlítása

A dinamikus mikrokeménység-mérés és az egytengelyű összenyomás során kapott kísérleti eredmények összehasonlító elemzését a lényegesen eltérő deformációs módok nehezítik. Az egytengelyű deformáció – legyen az nyújtás vagy összenyomás – többek között azért közkedvelt alakítási mód, mert a geometriája és a leírása is viszonylag egyszerű. A deformáció során a minta deformált térfogata gyakorlatilag állandó, a feszültség a minta egészében ugyancsak állan-

dónak tekinthető. Ezekkel az alapvetésekkel viszonylag egyszerűen juthatunk mérési módtól és géptől független fizikai mennyiségekhez, modellekhez. Ezzel szemben a keménységmérés során a benyomódás közben történő deformáció közel sem ennyire tisztázott természetű, egzakt leírását, megértését több szempont nehezíti. A benyomófej alatt kialakuló deformált tartomány térfogata a deformáció közben folyamatosan nő, megnehezítve a fej alatti deformált tartomány viselkedésének leírását. A fej alatt közvetlenül helyezkedik el a deformált zóna, mely a fejet h nagyságú benyomódáskor körülbelül $15h$ sugarú félgömb alakú tartományban veszi körül. E körül jóval nagyobb térfogatot foglal el az elasztikus zóna. Továbbá a kialakuló feszültségek, illetve deformációsebességek sem időben, sem térben nem állandóak a mintában. A korrekt leírást csak lokális mennyiségek alapján lehet elvégezni.

Az instabilitási effektus jelentkezése ugyanakkor nagyon hasonló módon történik a benyomódás és az összenyomás során. A mért σ - ε és F - h görbéken mindkét esetben jellegzetes, szabályosan fejlődő lépcsők jelennek meg a képlékeny alakítás szakaszában. Ha a lokális viselkedés vizsgálata érdekében az anyag globális viselkedésének megfelelő lassan változó részt mint alapvonal levonjuk a mért görbékből, akkor mindkét esetben jellegzetes oszcilláló viselkedést figyelhetünk meg a lokális görbéken, összenyomásnál $\Delta\sigma$ -ban, benyomásnál ΔF -ben. A (3.4) egyenlet segítségével az erőingadozást kifejező ΔF -ből könnyen származtathatjuk a mikrokeménységbeli ingadozást leíró ΔHV mennyiséget. Ezt az átalakítást azért célszerű elvégezni, mert a σ folyásfeszültség és a HV keménység is az anyag szilárdságát fejezi ki, csak más oldalról, más deformációs mechanizmus és mérési mód révén. Ebből következően mindkét lokális mennyiség, $\Delta\sigma$ és ΔHV az anyag szilárdságában mutat ingadozást: lokális fellágyulások és felkeményedések váltják egymást.

Az instabilitási effektus azonban nemcsak ezekben a paraméterekben jelentkezik hasonló módon. A fellépő keménységbeli ingadozásokra az is jellemző mindkét deformációs mód esetén, hogy egymást követő lassú és gyors deformációsebességű tartományokat lehet megkülönböztetni, összenyomásnál $\dot{\varepsilon}$ -ban, benyomásnál \dot{h} -ban. A két különböző mennyiség, ε és h megintcsak ugyanazt a dolgot fejezi ki, csak a deformációs módnak megfelelő formában: mekkora az alakítás mértéke. Így $\dot{\varepsilon}$ és \dot{h} az alakítás sebességében jelez ingadozást a gyors és lassú tartományok között.



3.12. ábra. Fázisdiagram (a) σ és $\dot{\epsilon}$ időben összetartozó pontpárjaira Al-3Mg összenyomásánál, valamint (b) ΔH_V és \dot{h} időben összetartozó pontpárjaira Al-2.7Mg benyomásánál az idő függvényében.

A szilárdságbeli ingadozást kifejező $\Delta\sigma$, illetve ΔHV és a deformáció sebességében oszcilláló $\dot{\varepsilon}$, illetve \dot{h} sajátos korrelációban van egymással. Ha az ugyanahhoz az időponthoz tartozó $\Delta\sigma$ és $\dot{\varepsilon}$, valamint ΔHV és \dot{h} pontpárokat ábrázoljuk egy fázisdiagramon, akkor ezek időbeli fejlődése egy jellegzetes hurkot mutat, ahogy ez a 3.12 ábrán megfigyelhető. Mindkét deformációs módnál egy ilyen jellegű viselkedés egy N alakú összefüggést sugall σ és $\dot{\varepsilon}$, illetve HV és \dot{h} között. Az ilyen jellegű kapcsolat megfelel a Penning által a PLC-effektus magyarázatára adott N alakú σ - $\dot{\varepsilon}$ összefüggéssel. A makroszkopikus σ és $\dot{\varepsilon}$ mennyiségek közötti N alakú összefüggés továbbá előállítható mikroszkopikus folyamatokat figyelembe vevő modellekkel. A HV és \dot{h} között feltételezett N alakú kapcsolat tehát újból megerősíti azt a feltevést, hogy a dinamikus mikrokeménység-mérések során a lokális keménységbeli változásokat kifejező ΔHV mennyiség a lokális folyamatok jellemzésére alkalmas paraméter, ez a mennyiség kapcsolatos mikroszkopikus folyamatokkal és ez hasonlítható össze az egytengelyű összenyomásnál mért $\Delta\sigma$ mennyiséggel.

A két jellemző paraméternek, $\Delta\sigma$ -nak és ΔHV -nek a képlékeny alakítás során mutatott tendenciája is hasonlóságot mutat. Mindkét deformációs módnál megfigyelhető, hogy a jelenség megjelenését közvetlenül követő szakasz után $\Delta\sigma$ és ΔHV lépcsőmagasságok nagysága közel állandó. A benyomás során a kezdeti szakaszt joggal nevezhetjük tranziensnek, hiszen a h_c belépési mélység után a keménységnövekmények viszonylag gyorsan eléri az állandó értéket. Összenyomás során a kezdeti szakaszt ugyan tranziensnek neveztük, de a $\Delta\sigma$ - ε görbék tendenciája sokkal jellegzetesebb annál, hogy ennek a szakasznak a vizsgálatától eltekintsünk. Nem egyszerű felnövekedésről van ezeknél a görbéknel szó, hanem a magnéziumkoncentráció hatására másképpen viselkedő instabilitási jelenségről. A görbék alakját részletesebben majd a 3.2. fejezetben vizsgáljuk, számunkra egyelőre az az érdekes, hogy egy bizonyos deformáció után a $\Delta\sigma$ nagysága is állandósul, ami egy stabil mikroszerkezet kialakulására utal.

A plasztikus instabilitási folyamatok hátterében meghúzódó DSA természetéből szükségszerűen következik a jelenség létrejöttéhez szükséges minimális, kritikus ötvözőkoncentráció. Mindkét deformációs módnál kísérletileg is láthatuk ennek meglétét. Már a globális σ - ε , illetve F - h görbéken megfigyelhető volt, hogy bizonyos magnéziumkoncentrációjú Al-Mg mintákban az instabilitási lépcsők nem jelentek meg. A későbbi analízisek során az illesztési paramé-

terekkel pontosabban meghatározhatóvá váltak ezek az értékek: benyomásnál 0.76, összenyomásnál 0.35 tömeg% magnéziumot kaptunk kritikus koncentrációra. Az eltérés nem egyszerűen a deformációs módok közötti különbségből fakad, hanem abból is, hogy – amint arra az összenyomásos analízisnél rávilágítottunk a 3.1.2.2. fejezetben – a kritikus koncentráció nagysága függ az alkalmazott deformációsebességtől is.

Végül a két mérési mód esetén kapott kísérleti eredmények abban is hasonlóságot mutatnak, hogy mind $\Delta\sigma_{plató}$, mind pedig ΔHV_0 hasonló tendenciát mutat a magnéziumkoncentráció függvényében. Mindkét esetben egy hatványfüggvénnyel lehetett leírni a két mennyiség kapcsolatát, ezen felül a kitevőre kapott értékek is közel állnak egymáshoz: összenyomásnál 0.75 és 0.70, benyomásnál 0.60. Az ötvözőkoncentráció hatása a plasztikus instabilitás mértékére jellemző feszültség-, illetve keménységnövekményekre tehát egy közel 2/3-os kitevőjű hatványfüggvénnyel írható le mind összenyomásnál, mind pedig benyomásnál.

3.1.4. A $\Delta\sigma$ és ΔHV közötti kapcsolat – „Tabor-formula” a plasztikus instabilitásokra

Az egytengelyű összenyomásoknál megfigyelt $\Delta\sigma$ feszültségnövekmények és a dinamikus mikrokeménység-mérés során tapasztalt ΔHV mikrokeménység-növekmények hasonló viselkedése azt sejteti, hogy ez a két mennyiség valamilyen módon összekálázható. E feltevést támasztja alá az ún. Tabor-törvény [117], mely egy adott anyagban makroszkopikusan mérhető σ folyásfeszültség és HV mikrokeménység arányosságát fejezi ki a

$$HV = k_T \cdot \sigma \quad (3.7)$$

formában, ahol k_T értéke 2.5 és 3 között van. Az alábbiakban azt vizsgáljuk meg, hogy vajon a plasztikus instabilitások során jelentkező lokális feszültség-, illetve mikrokeménység-növekmények között is fennáll-e hasonló kapcsolat.

Több tanulmány megmutatta [105, 118], hogy benyomódás közben a miniatúrának a benyomófejjel érintkező része felelős a fűrészes folyás létrejöttéért. A jelenség hasonló a csavarás során létrejött plasztikus instabilitásoknál a csavart

minta felületének vezérlő hatásához [102]. Ebben a viszonylag erősen deformált tartományban a kontaktfelület mentén ható feszültség homogénnek tekinthető a benyomófej alatt. Továbbá azt is feltételezhetjük, hogy ebben a részben a feszültség arányos a P nyomással, amit egy adott F erő esetén a következőképpen fejezhetünk ki:

$$\sigma = c_T \cdot P = c_T \cdot \left(\frac{F}{A} \right), \quad (3.8)$$

ahol A a kontaktfelület nagysága és c_T egy dimenziótlan anyagi állandó. A (3.8) egyenletet idő szerint deriválva a feszültségsebességre a következőt kapjuk:

$$\dot{\sigma} = c_T \cdot \frac{d(F/A)}{dt} = c_T \cdot \left(\frac{\dot{F}}{A} - \frac{F \cdot \dot{A}}{A^2} \right). \quad (3.9)$$

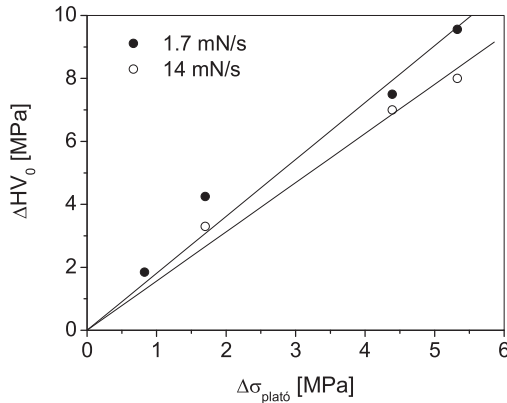
Ennek a mennyiségnek az előjele váltakozik a benyomódási instabilitás során. Egy instabilitási lépcső fejlődésének meredek szakaszán, ahol az erő nagyjából állandó benyomódási mélység mellett növekszik, az \dot{A} elhanyagolható, míg a lapos részénél, amelyre nagyjából állandó erő melletti mélységnövekmény a jellemző, az \dot{F} mennyiség hanyagolható el. Következésképpen a feszültségsebességre a meredek szakaszon $\dot{\sigma} = c_T \cdot \dot{F}/A > 0$, míg a lapos szakaszon $\dot{\sigma} = -c_T \cdot F \cdot \dot{A}/A^2 < 0$ kapható. Ezek az összefüggések érvényesek mind a benyomás, mind pedig az összenyomás esetén, így az összenyomásnál kapott $\Delta\sigma$ feszültségnövekmény tekinthető úgy, mintha az az említett kontaktfelületen történt volna a benyomás során. A $\Delta\sigma$ kiszámolásához tehát a (3.9) egyenlet jobb oldalának első tagját kell figyelembe venni, amiből a következő összefüggést kapjuk:

$$\Delta\sigma = c_T \cdot \frac{\Delta F}{A}. \quad (3.10)$$

Mivel $\Delta F/A$ mennyiség a benyomási instabilitás ΔHV mikrokeményiség-növekményének felel meg, a (3.10) egyenlet kifejezhető a

$$\Delta HV = K_T \cdot \Delta\sigma, \quad (3.11)$$

formában, ahol K_T állandó. Ez az összefüggés tehát egyenes arányosságot jósol a mélységérzékeny mikrokeményiség-mérés és az egytengelyű összenyomás során fellépő fűrészes folyás két fontos paramétere, a ΔHV mikrokeményiség- és a $\Delta\sigma$



3.13. ábra. A benyomások és összenyomások során kapott kísérleti ΔHV_0 és $\Delta\sigma_{\text{plató}}$ mennyiségek közötti kapcsolat. Mind ΔHV_0 , mind pedig $\Delta\sigma_{\text{plató}}$ esetén a növekvő értékeket 0,5, 1, 2 és 3 tömeg%-os Al-Mg mintákon végzett mérésekből kaptuk.

feszültségnövekmény között, és egyben a globális σ és HV mennyiségek között megfigyelt Tabor-törvény lokális megfelelője.

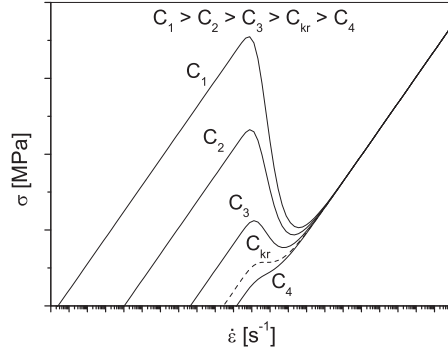
A (3.11) egyenlet igazolása végett a 3.13 grafikonon ábrázoltuk a különböző magnéziumkoncentrációjú Al-Mg mintákon ugyanolyan körülmények között elvégzett benyomások és összenyomások során kísérletileg kapott ΔHV_0 és $\Delta\sigma_{\text{plató}}$ mennyiségek közötti kapcsolatot. A kísérleti eredmények alátámasztják a (3.11) egyenletben megállapított arányossági kapcsolatot. A 3.1.2.2. fejezetben láttuk, hogy ΔHV és $\Delta\sigma$ értékei, következésképpen a K_T faktor értéke is függ a mérés körülményeitől, a mi esetünkben elsősorban a deformáció sebességétől. A 3.13 ábrán a 0,2 MPa/s feszültségsebességű összenyomás során kapott $\Delta\sigma_{\text{plató}}$ értékeket ábrázoltuk 1,7 és 14 mN/s terhelési sebességű benyomásnál kapott ΔHV_0 értékekkel. Ezeknél a sebességértékeknél K_T faktor értékére 4,1 és 3,2 adódott. A megfelelő feszültségsebesség és terhelési sebesség kiválasztása önkényes volt, de így is látható, hogy egy feszültségsebességhez két terhelési sebesség választva az arányosság megmaradt.

Összefoglalásképpen elmondható, hogy a Tabor-törvényhez hasonlóan, mely az anyag globális viselkedésének megfelelő σ folyásfeszültség és HV mikrokeményiség közötti arányossági kapcsolatot fejezi ki, a lokális jelenségként megjelenő plasztikus instabilitások két fő paramétere között, a $\Delta\sigma$ feszültség- és a ΔHV mikrokeményiség-növekmények között is hasonló egyenes arányossági összefüggés állapítható meg.

3.1.5. A koncentrációfüggés értelmezése a Kubin–Estrin-modell segítségével

Az előző fejezetben megállapított összefüggés szerint a dinamikus mikrokeményiség-mérések során kapott ΔHV értékek átalakíthatóak az egytengelyű deformációra jellemző $\Delta\sigma$ értékekké. Azért célszerű ezt az átalakítást megtenni, mert így a kísérleti eredményekből a $\Delta\sigma$ -ra meghatározott összefüggések összevethetők és igazolhatók az egytengelyű nyújtásra kidolgozott modellekből kapható eredményekkel. A dinamikus mikrokeményiség-mérésnél és az egytengelyű összenyomásoknál kapott mikrokeményiség-, illetve feszültségnövekmények koncentrációfüggését együttesen figyelembe véve azt kapjuk, hogy a $\Delta\sigma$ mennyiség a koncentráció közel $2/3$ -ik hatványával változik. Ezért várható, hogy az elméleti modellekből meghatározott $\Delta\sigma$ értékek is a koncentráció $2/3$ -os kitevőjű hatványfüggvényével írhatók le. Ennek a feltevésnek a tudatában a $\Delta\sigma$ koncentrációfüggését a Kubin és Estrin által javasolt (ld. 1.4.3.3. fejezet) elméleti modell alapján vizsgáljuk részletesen ebben a fejezetben. Mielőtt azonban ebbe belekezdenénk, érdemes megjegyezni, hogy $\Delta\sigma$ és ΔHV összefüggéséről csupán azt tudjuk, hogy arányosak, az arányossági tényező pontos értékéről nincsen információnk.

A $\Delta\sigma$ koncentrációfüggésének vizsgálatakor először is hangsúlyozni kell, hogy az (1.15) egyenlettel kifejezett Kubin–Estrin-modellben a dinamikus öregedés (DSA) hatását (negyedik tag az egyenletben) a diszlokáció vonala mentén kialakult lokális C_s ötvözőkoncentrációval egyenesen arányosnak tételezték fel. Az irodalmi áttekintésnél láttuk, hogy ebben az egyenletben a harmadik és a negyedik tag együttesen felelős a lokálisan jelentkező instabilitási effektus mögött álló N alakú σ - $\dot{\epsilon}$ görbéért (1.4.3.3. fejezet). Mivel ebben a kifejezésben a nominális koncentráció paraméterként megjelenik, így joggal várható el, hogy a



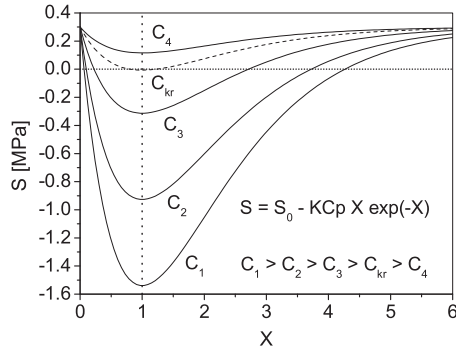
3.14. ábra. Az (1.15) egyenlet harmadik és negyedik tagja által meghatározott N alakú σ - $\dot{\epsilon}$ kapcsolat különböző nominális koncentrációk esetén ($C_1 = 3\%$, $C_2 = 2\%$, $C_3 = 1\%$, $C_{kr} = 0.5\%$, $C_4 = 0.3\%$). Az (1.15) egyenletben szereplő paraméterek értékei a következők: $S_0 = 0.3$ MPa, $\dot{\epsilon}_0 = 2.3 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$, $K = 250$ MPa, $\Omega/\tau_L = 6 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ és $p = 2/3$.

koncentráció függvényében e görbe alakja, és végeredményül a σ - ϵ görbe tulajdonságai is megváltoznak. Ezt demonstrálja a 3.14. ábra, ahol különböző koncentrációértékeknél ábrázoltuk a σ - $\dot{\epsilon}$ kapcsolatot. Látható, hogy a koncentráció csökkentésével az N alakú görbe negatív meredekségű szakasza egyre rövidebb, laposabb lesz, és egy bizonyos koncentrációérték alatt el is tűnik. Mivel a deformációsebesség-érzékenység e koncentrációérték alatt egyszer sem lesz negatív, így plasztikus instabilitások megjelenésére ilyen paraméterek mellett nem lehet számítani.

A 3.14. ábra csupán kvalitatív magyarázatot ad a koncentrációfüggésre. A kvantitatív összefüggések meghatározása érdekében a lokális $\sigma(\dot{\epsilon}_1)$ maximum és $\sigma(\dot{\epsilon}_2)$ minimum értékéből a $\Delta\sigma$ feszültségnövekményt a

$$\Delta\sigma = \sigma(\dot{\epsilon}_1) - \sigma(\dot{\epsilon}_2) \quad (3.12)$$

egyenlettel határozhatjuk meg egy adott koncentráció esetén. A lokális maximum és minimum kiszámolásához a megfelelő $\dot{\epsilon}_1$ és $\dot{\epsilon}_2$ deformációsebesség-



3.15. ábra. A (3.14) egyenletnek megfelelő deformációsebesség-érzékenység görbék különböző ötvözőkoncentrációk esetén ($C_1 = 3\%$, $C_2 = 2\%$, $C_3 = 1\%$, $C_{kr} = 0.5\%$, $C_4 = 0.3\%$). A paraméterek értékei a következők: $S_0 = 0.3$ MPa, $K = 250$ MPa és $p = 2/3$.

értékek meghatározására van szükség, amit az (1.15) egyenlet $\dot{\epsilon}$ vagy célszerűbben $\ln \dot{\epsilon}$ szerinti deriválásával érhetünk el. Az így kiszámolt

$$S = \frac{\partial \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \quad (3.13)$$

deformációsebesség-érzékenységre a következőt kapjuk:

$$S = \frac{\partial \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}} = S_0 - KCp \cdot X \exp(-X), \quad (3.14)$$

ahol $X = (\Omega/\dot{\epsilon}\tau_L)^p$. Az $\dot{\epsilon}_1$ és $\dot{\epsilon}_2$ értékek meghatározhatók az $S = 0$ egyenlet X_1 és X_2 megoldásaiból. A (3.14) egyenlet koncentrációtól való függését a 3.15. ábra mutatja. A fordított harang alakú görbéken látszik, hogy nagy ötvözőkoncentrációnál a negatív deformációsebesség-érzékenységszakasz széles és mély, ekkor a (3.14)-nek megfelelően az $S = 0$ egyenletnek két megoldása van, és $\Delta\sigma > 0$. A koncentráció csökkenésével azonban X_1 és X_2 közeledik egymáshoz, míg végül a fenti egyenletnek csupán egy megoldása lesz. Ennél kisebb oldottatom-tartalom

esetén nincsen az $S = 0$ egyenletnek megoldása, ami azt jelenti, hogy nincsen negatív meredekségű szakasz a σ - $\dot{\epsilon}$ görbén és instabilitási jelenség sem lép fel.

A (3.14) egyenlet további analiziséből megállapítható, hogy ezeknek a görbéknek a minimuma $X = 1$ -nél van. A plasztikus instabilitási effektus létrejöttéhez szükséges kritikus koncentráció olyan C értéknél van, ahol a görbe minimuma nullával egyenlő:

$$S(X = 1) = S_0 - K C p \cdot \frac{1}{e} = 0, \quad (3.15)$$

amiből a kritikus koncentráció értékére a következőt kapjuk:

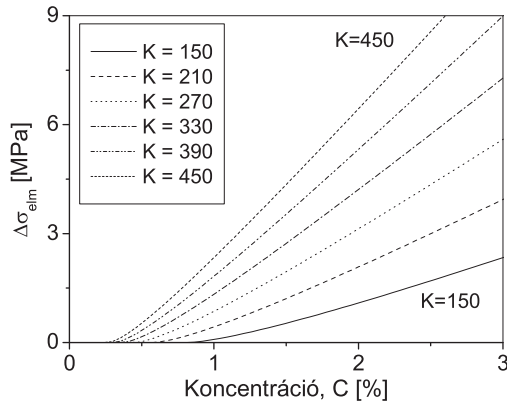
$$C_{kr} = \frac{S_0 e}{K p}. \quad (3.16)$$

E szerint a kritikus koncentráció értéke csupán S_0 , p és K értékétől függ. Mivel S_0 és p a minta globális viselkedésére, illetve az atomi folyamatok jellegére utal, és ezáltal értékük meghatározott, a kritikus koncentráció ténylegesen egy paramétertől, a K -tól függ. Mivel a kritikus koncentráció a kísérleti eredmények szerint függ a deformáció sebességétől, és a (3.16) kifejezésben explicit sebességfüggés nem jelenik meg, joggal mondhatjuk, hogy ez a tulajdonság a K paraméterben van elrejtve.

A $C \geq C_{kr}$ esetben $S = 0$ egyenlet megoldásával X_1 és X_2 meghatározható, ezekből $\dot{\epsilon}_1$ és $\dot{\epsilon}_2$ származtatható, amelyek segítségével a $\Delta\sigma$ feszültségnövekményekre a következő kifejezést kapjuk:

$$\Delta\sigma = \sigma(\dot{\epsilon}_1) - \sigma(\dot{\epsilon}_2) = \frac{1}{p} S_0 \ln \left(\frac{X_2}{X_1} \right) + K C [\exp(-X_2) - \exp(-X_1)]. \quad (3.17)$$

A $\Delta\sigma$ feszültségnövekmény nagysága tehát S_0 , p , K és C paramétereiktől függ. S_0 értékére ugyanezen minták nyújtása során elvégzett feszültségugratásokból kb. 0.3 MPa adódott. A p paraméter nagysága 2/3 vagy 1/3 attól függően, hogy térfogati vagy vonalmenti diffúziót feltételezünk az oldott atomok diszlokációk felé történő szegregálódása során [85]. Ha a K paraméter értékét rögzítjük, akkor a C ötvözőkoncentráció értékét változtatva elméleti $\Delta\sigma$ - C pontpárokat kapunk. A 3.16 ábrán feltüntetettünk néhány $\Delta\sigma_{elm}$ - C görbét K paraméter különböző értékei mellett. Látható, hogy K csökkentésével a görbék egyre lapo-



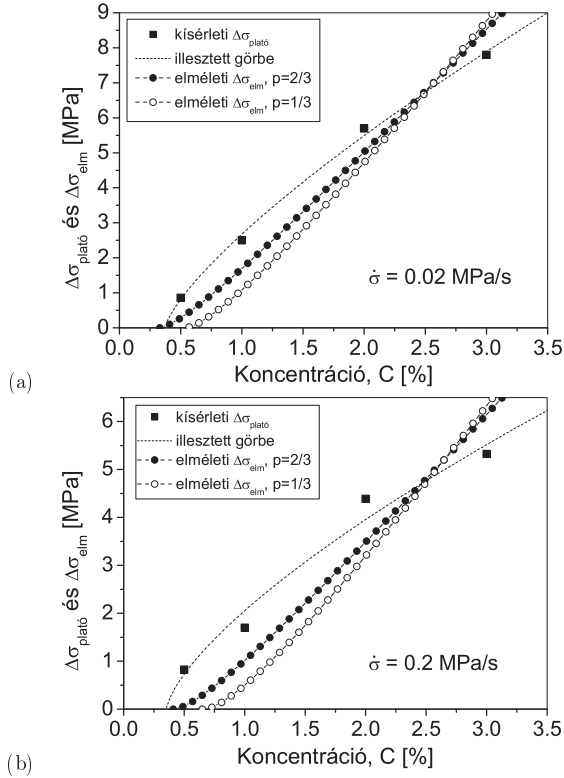
3.16. ábra. A Kubin–Estrin-moddal által jósolt elméleti $\Delta\sigma$ értékek a nominális koncentráció függvényében a (3.17) egyenlet alapján a K paraméter különböző értékei mellett.

sabbá válnak, a kritikus koncentráció értéke pedig egyre nagyobb lesz. Érdeemes megjegyezni, hogy a feszültségsebesség növelése – ahogy azt a 3.1.2.2. fejezetben láttuk – teljesen hasonló hatást ér el, megerősítve előbbi feltételezésünket, miszerint a K paraméter a deformációs sebességet foglalja impliciten magába.

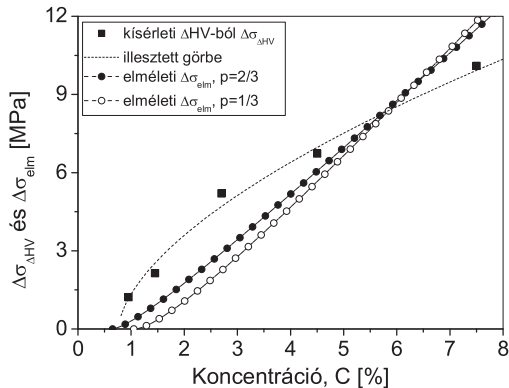
A K paraméter értékét úgy érdemes megválasztani, hogy a vele kapott $\Delta\sigma_{elm}-C$ görbe a kísérleti eredményekkel minél inkább összhangban legyen. Továbbá S_0 és p rögzítése mellett a (3.16) egyenlettel meghatározott C_{kr} kritikus koncentráció értéke is kizárólag K -tól függ. Olyan értéket kell tehát a K paraméternek találni, hogy egyrészt a kísérleti $\Delta\sigma_{plató}-C$ adatoktól minél kevésbé térjen el a görbe, másrészt a megfigyelt kritikus koncentráció értékének is megfeleljen az elméleti adat. A 3.17 ábrán az egytengelyű összenyomásoknál kapott kísérleti $\Delta\sigma_{plató}-C$ pontpárookra legjobban illeszkedő $\Delta\sigma_{elm}-C$ görbékét ábrázoltuk $p = 2/3$ és $1/3$ értékei mellett (a) 0.02 MPa/s és (b) 0.2 MPa/s feszültségsebesség esetén¹.

A mikrokeményiség-mérések során kapott $\Delta HV-C$ adatokra illesztést nehezebbi az, hogy a ΔHV és a $\Delta\sigma$ közötti arányossági tényező pontos értékét nem

¹ $K_{2/3}^{0.02} = 374.1$ MPa, $K_{1/3}^{0.02} = 452.5$ MPa, $K_{2/3}^{0.2} = 289.9$ MPa, $K_{1/3}^{0.2} = 362.7$ MPa.



3.17. ábra. A kísérleti $\Delta\sigma_{\text{plató}}-C$ pontpárok és a rájuk legjobban illeszkedő elméleti $\Delta\sigma-C$ görbék $p = 2/3$ és $1/3$ értékei mellett (a) 0.02 MPa/s és (b) 0.2 MPa/s feszültségsebesség esetén.



3.18. ábra. A kísérleti ΔHV - C pontpárokból származtatott $\Delta\sigma_{\Delta HV}$ - C pontpárok és a rájuk legjobban illeszkedő elméleti $\Delta\sigma$ - C görbék $p = 2/3$ és $1/3$ értékei mellett.

ismerjük. Ebben az esetben az illesztést tehát nemcsak K paraméter szerint kell elvégezni, hanem az arányossági tényezőt is figyelembe kell venni. Az arányossági tényező körülbelüli nagyságát a kritikus koncentrációk alapján lehet becsülni. Mivel mikrokeménység-méréseknél a megfigyelt kritikus koncentráció nagyobb volt, mint amit egytengelyű összenyomásoknál 0.02 és 0.2 MPa/s feszültségsebesség mellett megfigyeltünk, ez azt sejteti, hogy a mikrokeménység-méréseknél alkalmazott erősebesség ezeknél nagyobb feszültségsebességnek felel meg, tehát a 0.2 MPa/s feszültségsebességnél megfigyelt $\Delta\sigma$ értékeknél kisebb átváltott $\Delta\sigma_{\Delta HV}$ értékeket várhatunk. Így a (3.11) egyenletbeli K_T arányossági tényezőre 3-nál nagyobb, de ezt nem sokkal meghaladó értéket várhatunk. Mindezeket figyelembe véve a kísérleti ΔHV - C pontpárokból származtatott $\Delta\sigma_{\Delta HV}$ - C pontpárookra illeszkedő $\Delta\sigma_{elm}$ - C görbét $p = 2/3$ és $1/3$ értékei mellett a 3.18. ábra mutatja².

A Kubin–Estrin-modell alapján kapott elméleti $\Delta\sigma$ adatok ugyanúgy szigorúan monoton növekedést mutatnak a C koncentráció függvényében, mint a kísérleti párjaik. A növekedés egy C_{kr} kritikus koncentrációt követően indul el,

² Arányossági tényezőnek $K_T = 3.27$ értékét választottuk, $K_{2/3} = 191.1$ MPa, $K_{1/3} = 224.8$ MPa.

amely nagyságrendileg ugyan megegyezik a kísérleti adatokkal, de nem minden esetben egyezik meg velük, vagy közelíti meg azokat. Érdemes megfigyelni, hogy az elméleti $\Delta\sigma$ – C kapcsolat jellege nem túl érzékeny a p paraméter értékeire: $p = 1/3$ értéknél a görbék kicsit meredekebbek és következetesen nagyobb kritikus koncentrációt adnak, mint $p = 2/3$ esetében, de a görbék alakja nagyjából megegyezik. A $\Delta\sigma$ – C összefüggés modellezésére elvileg több lehetőség is adódik. Mivel a kísérleti adatpárokat mind benyomás, mind pedig összenyomás esetén hatványfüggvénnyel írtuk le, és ez a kapcsolat jónak bizonyult az elméleti adatpárok leírására is, így minden esetben az elméleti $\Delta\sigma$ – C adatpárookra egy

$$\Delta\sigma = A_{elm} \cdot (C - C_{kr_{elm}})^{n_{elm}} \quad (3.18)$$

alakú hatványfüggvényt illesztettünk, ahol A_{elm} és $C_{kr_{elm}}$ állandók K és p értéktől függően, míg n_{elm} gyakorlatilag független ezektől a numerikus paraméterektől. A kísérleti eredményektől eltérően azonban az n_{elm} hatványkitevő értéke nem esik $2/3$ közelébe, hanem 1-nél nagyobb, általában 1.1 körül van az értéke. Ez azt jelenti, hogy az (1.15) egyenlettel megfogalmazott elméleti modell a $\Delta\sigma_{plátó}$ – C kapcsolat tendenciáját alapvetően rosszul jósolja meg: a kísérleti adatokra illesztett hatványfüggvények felülről konvex görbét adnak, míg az elméleti pontpárookra illesztett görbe alulról konvex görbét mutat. Ez lehet az oka annak, hogy a kísérleti adatoktól való legkisebb eltérés kritériuma mellett nem tud egyszerre teljesülni a másik feltétel, miszerint a kritikus koncentrációk is minél jobban egyezzenek meg. Az elméleti görbék alakjukból következően jóval túlbecsülik a kritikus koncentráció értékét, hogy minél kevésbé térjenek el a kísérleti pontpároktól. A legszembetűnőbbben ez a mikrokeménység-mérések során kapott adatoknál látszik, ahol a széles ötvözőkoncentráció-tartományban már szembetűnő a kísérleti és az elméleti összefüggések eltérő tendenciája.

3.1.6. A Kubin–Estrin-modell módosítása

Láttuk, hogy a Kubin–Estrin-modell főbb tulajdonságaiban jól írja le a kísérletek során kapott $\Delta\sigma_{plátó}$ feszültség-, illetve ΔHV_0 mikrokeménység-növekmények koncentrációfüggését. Az elméleti görbe szigorú monoton növekvése, a kritikus koncentráció létezése és nagyságrendi becslése, a K paraméteren keresztül a deformációsebességtől való függés visszaadása az elmélet alapvetéseinek he-

lyességét igazolja. A görbék tendenciáját azonban helytelenül jósolja, hiszen a (3.18) egyenlet n_{elm} kitevőjének értéke jelentősen nagyobb, mint a (3.5) és (3.6) egyenletek kitevőinek kísérleti értéke. Ezért azt a következtetést vonhatjuk le, hogy az (1.15) egyenlet, amelyben a DSA hatását egyenesen arányosnak feltételezték a diszlokáció vonala menti lokális C_s ötvözőkoncentrációval, nem írja le helyesen a folyásfeszültség oldottatom-függését. Ahogy azt az 1.1.1. és a 3.1.1.1. fejezetben említettük, az oldott atomok szilárdságnövelő hatása a nominális ötvözőkoncentráció hatványfüggvényével írható le általános esetben. A plasztikus instabilitások esetében – figyelembe véve a diszlokációk körül kialakult ötvözőfelhőt – az ötvözőkoncentráció a diszlokációk mentén továbbra is C_s , ugyanakkor a hatványfüggvénnyel kifejezett kapcsolatnak is érvényesnek kell maradnia.

Mindezek alapján feltételezzük, hogy a DSA hatását a C_s -nek q kitevővel felírt hatványfüggvényével vegyük figyelembe. Ezzel a feltételezéssel az (1.14) egyenlet a következőképpen módosul:

$$\sigma = \sigma_0 + \theta\varepsilon + S_0 \ln \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right) + \beta C_s^q. \quad (3.19)$$

A Louat-féle összefüggést behelyettesítve az

$$\sigma = \sigma_0 + \theta\varepsilon + S_0 \ln \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right) + K^* C^q \cdot \left\{ 1 - \exp \left[- \left(\frac{\Omega}{\dot{\varepsilon} \tau_L} \right)^p \right] \right\}^q \quad (3.20)$$

alakot kapjuk, ahol $K^* = \beta \cdot \exp(qW/kT)$. Ebből az előző fejezetben tárgyalt módon származtatható a $\Delta\sigma$ feszültségnövekmények koncentrációfüggése. A (3.20) egyenlet deriválásával az S deformációsebesség-érzékenységre a következő összefüggést kapjuk:

$$S = \frac{\partial \sigma}{\partial \ln \dot{\varepsilon}} = S_0 - K^* C^q p q \cdot X \exp(-X) \cdot [1 - \exp(-X)]^{q-1}. \quad (3.21)$$

Az így kapott görbék minimumának X_{min} helye függ a q paramétertől. A kritikus koncentráció meghatározásához a görbék minimumának nullának kell lennie. Az X_{min} numerikusan meghatározható különböző q -kra, és visszahelyezve a (3.21) egyenletbe az $S(X = X_{min}) = 0$ összefüggést figyelembe véve a kritikus

koncentrációra a következőt kapjuk:

$$C_{kr} = \left(\frac{S_0}{K^* p q \bar{X}} \right)^{1/q}, \quad (3.22)$$

ahol $\bar{X} = X_{min} \exp(-X_{min}) \cdot [1 - \exp(-X_{min})]^{q-1}$. A módosított elméletben a kritikus koncentráció értékét az eddigi paraméterek mellett szükségszerűen befolyásolja a q paraméter is. Mivel S_0 , p , q és \bar{X} értékei kötöttek, így a kritikus koncentráció ebben az esetben is csak egy szabad paramétertől, a K^* -tól függ.

A $\Delta\sigma$ koncentrációfüggéséhez a (3.21) egyenletet kell megoldani $S = 0$ -ra, az így kapott X_1 és X_2 , valamint $\dot{\epsilon}_1$ és $\dot{\epsilon}_2$ értékeiből a $\Delta\sigma$ feszültségnövekményre a következőt kapjuk:

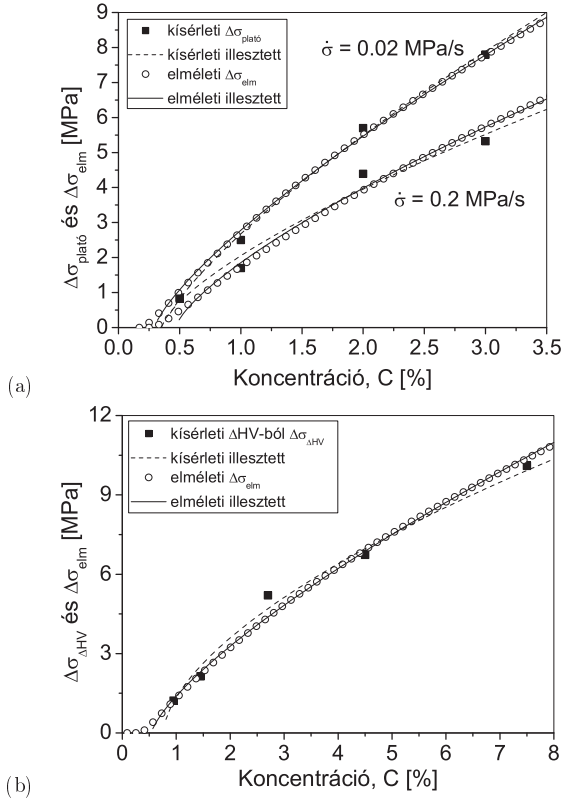
$$\Delta\sigma = \sigma(\dot{\epsilon}_1) - \sigma(\dot{\epsilon}_2) = \frac{1}{p} S_0 \ln \left(\frac{X_2}{X_1} \right) + K^* C^q \{ [1 - \exp(-X_1)]^q - [1 - \exp(-X_2)]^q \}. \quad (3.23)$$

A $\Delta\sigma$ értékét tehát az S_0 , p , q , K^* és C paraméterek határozzák meg. Az S_0 értéke ismert, p értéke ebben az esetben is $2/3$ vagy $1/3$ a feltételezett diffúziós mechanizmustól függően, q értéke pedig az ismertett (1.1.1. fejezet) modellektől függően $1/2$ (Friedel-modell) vagy $2/3$ (Labusch–Nabarro-modell) lehet. Mivel ezek a paraméterek rögzítettek, a $\Delta\sigma$ – C görbét megint csupán egy paraméter, a K^* határozza meg. Az előző fejezetben leírt módszert alkalmazva ebben az esetben is úgy határoztuk meg K^* értékét, hogy az elméleti görbe a kísérleti adatoktól minél kevésbé térjen el, és lehetőleg a megfigyelt kritikus koncentrációkat is jól jósolja meg. A lehetséges p és q párosokból azokat tekintettük relevánsnak, ahol ez a két kritérium a legjobban teljesült.

Részletes számítások azt mutatják, hogy a kísérleti eredményeknek legjobban megfelelő elméleti $\Delta\sigma$ – C kapcsolatot $p = 1/3$ és $q = 1/2$ esetében kapjuk. A kísérleti adatpárokat, illetve a nekik megfelelő elméleti görbéket a 3.19 ábrán láthatjuk (a) 0.02 MPa/s és 0.2 MPa/s kezdeti feszültségsebességű egytengelyű összenyomás esetén³, valamint (b) dinamikus mikrokeményiség-méréseknél⁴. Látható, hogy a görbék főbb tulajdonságai: a szigorúan monoton növekvés, a kritikus koncentráció léte és a K^* paraméter deformációs sebességszerű hatása a bevezetett módosítások mellett megmaradtak. A módosított elmélet azonban

³ $K^*_{0.02} = 84.9$ MPa/s, $K^*_{0.2} = 71.0$ MPa/s

⁴ Arányossági tényező értéke $K_T = 3.27$ volt, $K^* = 64.56$ MPa/s



3.19. ábra. A kísérleti $\Delta\sigma_{\text{plátó}}-C$ pontpárok és a rájuk legjobban illeszkedő elméleti $\Delta\sigma-C$ görbék (a) 0.02 MPa/s és 0.2 MPa/s feszültségsebesség esetén, valamint (b) a kísérleti ΔHV_0-C pontpárokból származtatott $\Delta\sigma_{\Delta HV}-C$ pontpárok és a rájuk legjobban illeszkedő elméleti $\Delta\sigma-C$ görbék $p = 1/3$ és $q = 1/2$ esetén.

Deformációs mód	Kísérlet	Elmélet
	$n_{\Delta\sigma}$ és $n_{\Delta HV}$	n_{elm}
Összenyomás ($\dot{\sigma} = 0.02$ MPa/s)	0.75	0.76
Összenyomás ($\dot{\sigma} = 0.2$ MPa/s)	0.70	0.72
Benyomás	0.60	0.74

3.1. táblázat. Kísérleti és az elméleti görbék illesztéséből adódó hatványfüggvény-kitevők összehasonlító táblázata.

Deformációs mód	Kísérlet	Elmélet	
	$C_{kr\Delta\sigma}$ és $C_{kr\Delta HV}$	$C_{kr_{elm}}$	C_{kr}
Deformációs mód	(%)	(%)	(%)
Összenyomás ($\dot{\sigma} = 0.02$ MPa/s)	0.37	0.30	0.20
Összenyomás ($\dot{\sigma} = 0.2$ MPa/s)	0.35	0.47	0.28
Benyomás	0.76	0.54	0.34

3.2. táblázat. Kísérleti, elméleti görbe illesztéséből, valamint a (3.22) egyenletből adódó kritikus koncentrációk összehasonlító táblázata.

a görbék tendenciáját is helyesen jósolja meg. Ezzel a minimális eltérés kritériuma mellett az elmélet által becsült kritikus koncentrációk értékei is sokkal közelebb kerültek a kísérleti értékekhez. A kvantitatív értékelés érdekében ebben az esetben is a (3.18) egyenletbeli hatványfüggvényt illesztettük az eredményül kapott elméleti görbékre. Az illesztett hatványfüggvények jól írják le ezeket a görbéket, eltérés csupán a görbék elején tapasztalható: az elméleti görbe a kritikus koncentrációt mindig kisebb értékben határozza meg, mint az illesztett hatványfüggvény, ami azt jelenti, hogy a (3.18) egyenlet $C_{kr_{elm}}$ paraméterét ennek fényében érdemes figyelembe venni. A legjobbnak ítélt elméleti görbénél az illesztett hatványfüggvények az n_{elm} kitevő értékére 0.7 és 0.75 közötti értéket adtak, ami elég közel van a kísérleti adatoknál megállapított 0.6 és 0.7 körüli értékekhez (ld. a 3.1. táblázatot). Megjegyezzük, hogy az n_{elm} kitevő értéke elsősorban a q paramétertől függött, ennek csökkentése az n_{elm} csökkenésével járt. A p paraméter $2/3$ és $1/3$ értékek közötti váltogatása csak kissé módosítja a görbék tendenciáját.

A kritikus koncentráció elméleti értékének számszerű vizsgálatakor kétféle eredményt is figyelembe vehetünk. Egyrészt a K^* illesztési paraméter ismeretében a (3.22) egyenlet alapján kaphatunk egy C_{kr} értéket, másrészt az elméleti $\Delta\sigma-C$ görbékre illesztett hatványfüggvény $C_{kr_{elm}}$ paramétere adhat egy

tájékoztató értéket. Ahogy fentebb már említettük, az elméleti C_{kr} következetesen kisebb $C_{kr_{elm}}$ -nél. Ez utóbbit azért célszerű figyelembe venni, mert a kísérleti adatok leírására is hatványfüggvényt használtunk, így a fenti következetes $C_{kr} < C_{kr_{elm}}$ összefüggés alapján lehetséges, hogy az ezen illesztések során megállapított kísérleti kritikus koncentráció értékek is egy kicsit felülbecsültek a tényleges értékeket. Mindenesetre a kísérleti kritikus koncentráció értékek hatványfüggvény illesztéséből származó voltak miatt igazából a $C_{kr_{elm}}$ értékeivel hasonlíthatók össze. A (3.22) egyenlet alapján az elmélet által jósolt C_{kr} értékekre sorban 0,2, 0,28 és 0,34% ötvözőkoncentrációt kaptunk 0,02 és 0,2 MPa/s feszültségsebességű egytengelyű összenyomás, valamint a benyomás kísérleti adataira történő illesztés során. Az elméleti $\Delta\sigma$ - C görbékre illesztett hatványfüggvények $C_{kr_{elm}}$ paramétere ugyanezen esetekben 0,3, 0,47 és 0,54% volt. Ezek az értékek elég jól megközelítik a kísérletileg összenyomásoknál 0,36%, benyomásoknál 0,76% kritikus ötvözőkoncentrációkat. Az adatokat összefoglalva a 3.2. táblázat tartalmazza.

Az a megállapítás, hogy $p = 1/3$ és $q = 1/2$ értékénél felelnek meg az elméleti görbék legjobban a kísérleti eredményeknek, megerősíti feltételezésünket, miszerint az N alakú σ - $\dot{\epsilon}$ összefüggésben a DSA hatását leíró tag a diszlokáció vonala mentén kialakuló helyi C_s ötvözőkoncentrációtól függ, méghozzá ennek $1/2$ kitevőjű hatványával arányos. Ez a helyi C_s koncentrációtól való gyökös függés arra utal, hogy plasztikus instabilitások jelenlétekor a DSA hatása alapvetően a diszlokációk és a legközelebbi ötvözőatomok kölcsönhatásából ered a Friedel-mechanizmusnak megfelelően. Ezt az eredményt meggyőzően alátámasztja az is, hogy DSA közben az öregedési kinetikát a vonalmenti diffúzió vezérli, amelyet a $p = 1/3$ kitevő jellemez az 1.11 egyenletben. Vizsgálataink során a 3.1.1.1. fejezetben ugyanakkor azt is megmutattuk, hogy az Al-Mg szilárdoldatok globális szilárdságát főleg a Labusch-Nabarro-mechanizmus határozza meg, amely során a diszlokációk körül kialakuló teljes oldottatom-felhő vezérli a diszlokációk és oldott atomok kapcsolatát.

Ez az eltérés a lokális viselkedés és a globális viselkedés szilárdságnövelő mechanizmusa között valószínűleg kapcsolatban van azzal, hogy a diszlokációk körül milyen módon és mennyi idő alatt alakul ki az ötvözőatomok felhője, ami pedig a térfogati és vonalmenti diffúzió időbeli lefolyásának jelentős különbségére vezethető vissza. A globális szilárdságot ugyanis alapvetően olyan diszlokációk

határozzák meg, amelyek köré az ötvözőatomoknak viszonylag hosszú idő állt rendelkezésükre szegregálódni, így a lassabb térbeli diffúzió által kialakulhatott az ötvözőatomok statisztikusan elhelyezkedő felhője. A diszlokációk kiszakadását ebből a felhőből a Labusch–Nabarro-mechanizmus által vezérelt diszlokáció–ötvöző kölcsönhatás határozza meg. Ezzel szemben az instabilitást mutató képlékeny alakváltozás során a fő vezérlő mechanizmus a vonalmenti diffúzió, és ekkor az érett erdődiszlokációkról viszonylag rövid időn belül ötvözőatomok kerülnek az elakadt mozgó diszlokációkra. Az átkerült ötvözőatomok pontszerűen rögzítik a mozgó diszlokációkat, és a kiszakadást a Friedel-mechanizmus által meghatározott ötvözőkoncentráció-függés vezérli. Ebben az esetben a térbeli diffúzió – hosszú lefolyása miatt – nem játszik jelentős szerepet a diszlokációk rögzítésében.

Végül érdemes megemlíteni, hogy a jelenlegi eredmények összhangban vannak számos más tanulmánnyal [54, 55, 69, 70, 85, 86], amelyek a dinamikus öregedés során az ötvözőknek a diszlokációkra szegregálódásának kinetikáját vizsgálva ugyancsak arra jutottak, hogy a vonalmenti diffúzió vezérli a DSA folyamatát.

3.1.7. Összefoglalás

Al–Mg ötvözetek képlékeny tulajdonságait vizsgáltuk dinamikus mikrokemény-ség-mérésekkel és állandó feszültségsebességű egytengelyű összenyomásokkal, a kísérleti eredményeket irodalmi modellek segítségével elemeztük. Főbb eredményeink a következők:

1. Az Al–Mg ötvözetekben fellépő Portevin–Le Chatelier plasztikus instabilitások jellemző paraméterei erősen függenek a magnéziumkoncentrációtól.
2. A kísérleti eredmények azt mutatják, hogy mind az anyag globális szilárdságát, mind a lokális felkeményedések nagyságát befolyásolja a változó magnéziumtartalom, a függés egyszerű hatványfüggvénnyel írható le.
3. A lokálisan jelentkező felkeményedések koncentrációfüggését tekintve megmutattuk, hogy plasztikus instabilitások csak egy C_{kr} kritikus koncentrációérték fölött jelennek meg. C_{kr} értéke függ az alkalmazott deformációsebességtől, a mi vizsgálati körülményeink mellett 0.36 és 0.76% között volt.

4. Megállapítottuk, hogy nemcsak az anyag globális szilárdságát kifejező szakítószilárdság és mikrokeményység között van egyenes arányossági kapcsolat, hanem az egytengelyű nyújtás során tapasztalt $\Delta\sigma$ feszültségnövekmény és a dinamikus mikrokeménység-mérések során megfigyelt ΔHV mikrokeménység-növekmények között is.
5. A plasztikus instabilitásokat jellemző feszültségnövekmények elméleti és kísérleti elemzésével megmutattuk, hogy a σ - $\dot{\epsilon}$ összefüggésnek a DSA hatását leíró tagja nem egyenesen arányos a diszlokáció mentén kialakuló helyi C_s ötvözőkoncentrációval, hanem gyökösen függ tőle. Továbbá azt is megmutattuk, hogy a dinamikus öregedési kinetikát vonalmenti diffúzió vezérli.
6. A lokális ötvözőkoncentrációtól való gyökös függés azt sugallja, hogy a DSA effektus a diszlokációk és a hozzájuk legközelebb lévő ötvözők kölcsönhatásából fakad. Az anyag globális szilárdságát ugyanakkor főleg a diszlokációk és a körülöttük kialakuló ötvözőfelhő kölcsönhatása határozza meg.

3.2. Ötvözőatomok hatása a mikroszerkezet fejlődésére képlékeny alakváltozás során [S2, S6]

Az előző fejezetben a stabil szilárdoldatú Al–Mg minták egytengelyű összenyomása során kapott kísérleti eredmények tárgyalásakor (3.1. fejezet) láttuk, hogy a deformáció előrehaladtával a $\Delta\sigma$ feszültségnövekmények az ötvözőkoncentrációtól függően más jellegű, szabályos fejlődést mutatnak, mielőtt elérik a közel állandónak mondható $\Delta\sigma_{\text{plató}}$ értéket (3.7. ábra). Kisebb Mg-koncentrációnál a $\Delta\sigma$ – ϵ görbék először meredeken felívelnek, majd egy maximum elérése után gyorsan csökkennek, végül elérik a platóértéket. Nagyobb ötvözőtartalomnál a csökkenő rész eltűnik, és a meredek felfutás után azonnal beáll az állandó $\Delta\sigma$ érték. Ahogy azt a 3.1.3. fejezetben tárgyaltuk, ezt a kezdeti viselkedést a platóérték elérése előtt nem lehet csupán tranziciensnek tekinteni. Mivel a plasztikus instabilitások létrejöttéért felelős DSA effektus mögött alapvetően a diszlokációk és ötvözőatomok kölcsönhatása áll, a DSA következtében makroszkopikusan megjelenő $\Delta\sigma$ értékek szabályos változása a háttérben zajló mikroszerkezeti folyamatok szisztematikus fejlődésére utal. Ezért a $\Delta\sigma$ feszültséglépcsők deformációfüggésének vizsgálata fontos információkat szolgáltathat az anyag belső szerkezetében végbemenő változásokról.

A $\Delta\sigma$ hasonló viselkedéséről a deformáció függvényében már több tanulmány beszámol mind állandó deformációsebesség [68, 70, 119–121], mind pedig állandó feszültségsebesség [63, 64] mellett történő alakítás során. Az előbbinél többször megfigyelték, hogy a feszültségesések átlaga előbb növekszik a növekvő deformációval kb. 8–15%-os alakításig, majd ezt egy csökkenő szakasz követi. A maximum helye és értéke az alkalmazott deformációsebességtől és a hőmérséklettől függ [68, 70]. E viselkedésre számos magyarázat született. A növekvő szakaszt gyakran magyarázzák a DSA-nak a növekvő diszlokációsűrűség következtében megnövekedett hatásával, míg a nagyobb deformációknál bekövetkező csökkenő szakaszban ugyanezt a hatást a folyamatban ténylegesen résztvevő oldott atomok számának csökkenése vagy a növekvő alakítási keménység redukálja [68, 70, 122, 123]. Egy másik értelmezés a mozgó és erdődiszlokációk változó arányát tekinti [41, 121]. A deformáció kezdetén a mozgó diszlokációk száma gyorsabban növekszik, mint az erdődiszlokációké, ami megint csak a DSA hatá-

sát növeli. Később az erdődiszlokációk száma növekszik gyorsabban csökkentve a DSA hatékonyságát a diszlokációk gyors immobilizálódásán keresztül.

Állandó feszültségszint mellett sokkal ritkábban vizsgálták $\Delta\sigma$ deformációfüggését. Abban a kevés tanulmányban [63, 64], amelyeket ebben a témában közöltek, csupán 7%-os deformációig vizsgáldtak. Ezen a szakaszon a $\Delta\sigma$ növekedését megfigyelve feltételezték, hogy a felfutó részt egy közel állandó szakasz követi.

A $\Delta\sigma$ deformációfüggésére eddig tehát jobbra csupán kvalitatív magyarázatok születtek. A legtöbb elmélet szükségszerűen bevonja magyarázatának körébe a diszlokációkat, de ezek pontos fejlődéséről, a mikroszerkezet kvantitatív alakulásáról nem adnak számot. A következőkben a plasztikus instabilitások jellegzetes tulajdonságaiból megbecsüljük a mobil- és erdődiszlokáció-sűrűség fejlődését az általunk vizsgált Al-Mg ötvözetek esetében, valamint tárgyaljuk a magnéziumtartalom hatását ezen diszlokációsűrűségek fejlődésére.

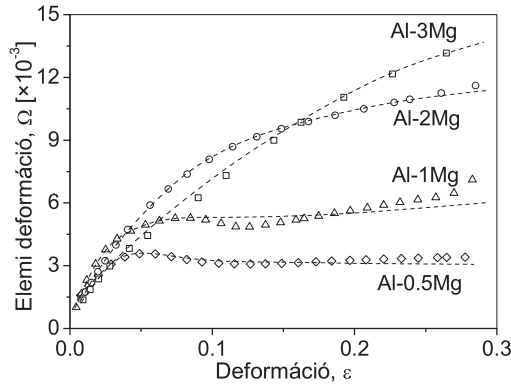
3.2.1. Diszlokációsűrűségek meghatározása a plasztikus instabilitások jellemzőiből

A képlékeny alakváltozás folyamatát figyelembe véve az instabilitási lépcsők megjelenése (ld. 3.5 ábrát) a feszültség–deformáció–görbéken a diszlokációk szagatott mozgásával értelmezhető. A lépcsők lapos része a diszlokációk nagy sebességű mozgásának eredményeképpen jön létre, míg a meredek rész azt az állapotot tükrözi, mikor a mobil diszlokációkat ideiglenesen akadályok tartják fel. Ez utóbbi állapotban két alapvető folyamat verseng egymással: egyrészt az akadályozó feszültség folyamatosan növekszik a diszlokációkra szegregálódó ötvözőatomok hatására, másrészt a monoton növekvő külső feszültség próbálja a diszlokációkat túljuttatni az akadályokon. A t_w várakozási időt, amely egy adott lépcsőnél a gátló folyamatot jellemzi, a mért $\Delta\sigma$ feszültségnövekményből – a deformációs mechanizmus jellegét figyelembe véve – az alábbi formulával lehet becsülni:

$$\Delta\sigma = \dot{\sigma} \cdot t_w, \quad (3.24)$$

amelyből a várakozási időt a következőképpen fejezhetjük ki:

$$t_w = \frac{\Delta\sigma}{\dot{\sigma}}. \quad (3.25)$$



3.20. ábra. Az Ω elemi deformáció fejlődése képlékeny alakváltozás közben különböző magnéziumkoncentrációjú Al–Mg ötvözetben.

A deformáció–idő görbéről kísérletileg meghatározva a globális folyamatot leíró $\dot{\varepsilon}_{glob}$ globális deformációsebességet, az $\Omega(\varepsilon)$ elemi deformáció a globális deformáció függvényében származtatható a $\Delta\sigma$ – ε görbékből (3.7. ábra) az (1.13) és 3.25 egyenletek segítségével:

$$\Omega(\varepsilon) = \frac{\Delta\sigma(\varepsilon) \cdot \dot{\varepsilon}_{glob}(\varepsilon)}{\dot{\sigma}(\varepsilon)}. \quad (3.26)$$

Itt jegyezzük meg, hogy a (3.26) egyenletben a $\Delta\sigma(\varepsilon)$ -t a 3.7 ábrán látható $\Delta\sigma$ – ε görbéknél a mérési pontokra kézzel illesztett, szaggatott vonallal jelölt egyenletesebb görbékből határoztuk meg. Továbbá a $\dot{\sigma}(\varepsilon)$ esetében is figyelembe vettük a keresztmetszet növekedése következtében fellépő feszültségsebességcsökkenést.

A 3.20. ábra mutatja az Ω elemi deformáció változását a képlékeny alakváltozás során különböző magnéziumkoncentrációjú Al–Mg ötvözetekben $\dot{\sigma}_0 = 0.2$ MPa/s feszültségsebességű deformáció mellett⁵. A kísérleti adatokból jól látható, hogy az Ω – ε görbék erősen függenek a Mg-koncentrációtól. Kis koncentrációknál az Ω – ε görbéknek van egy maximuma, amelyet egy enyhén ereszkedő

⁵ $\dot{\sigma}_0$ kezdeti feszültségsebesség pontos értéke 0.176 MPa/s.

szakasz követ. Magasabb Mg-tartalommal rendelkező minták esetében a görbék monotonon növekednek a mérési tartományban. Itt érdemes megjegyezni, hogy a magasabb magnéziumkoncentrációknál kapott eredményeink tendenciájukban jó összhangban vannak a szakirodalomban közölt, mások által kísérletileg meghatározott Ω - ε görbékkel [86, 89, 90], noha azoknál az Ω egy nagyságrenddel kisebb. A kisebb Mg-tartalommal rendelkező mintáknál kapott görbéink az elméleti modellek javasolta tendenciát mutatják [41, 91].

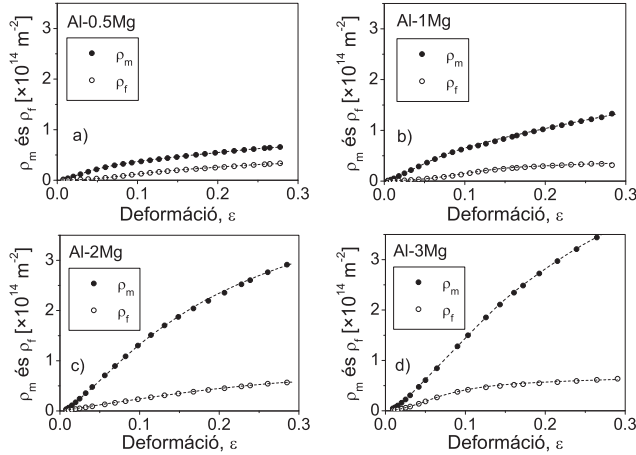
Figyelembe véve az 1.13 egyenletnek az elemi deformációra felírt kifejezését, miszerint $\Omega = b\rho_m\rho_f^{-1/2}$, valamint a folyásfeszítésre vonatkozó Taylor-egyenletet, azaz

$$\sigma = \sigma_0 + \alpha M \mu b \sqrt{\rho} = \sigma_0 + \alpha M \mu b \sqrt{\rho_m + \rho_f} \quad (3.27)$$

ahol σ_0 a folyáshatár, α egy geometriai konstans (alumíniumötvözetek esetén $\alpha = 0.33$ [124]), M a Taylor-faktor ($M \approx 3$ textúrálatlan polikristályos anyagok esetén), b a Burgers-vektor nagysága, μ a nyírási modulusz ($\mu = 26$ GPa alumíniumötvözeteknél) és $\rho = \rho_m + \rho_f$ az összes átlagos diszlokációsűrűség, a mobil- (ρ_m) és erdődiszlokáció-sűrűség (ρ_f) fejlődése meghatározható a deformáció függvényében. Az így kapott ρ_m - ε és ρ_f - ε adatokat mutatja a 3.21. ábra. A növekvő Mg-koncentrációval mindkét számított diszlokációsűrűség nő. Továbbá a mobildiszlokáció-sűrűség növekedése a növekvő Mg-koncentrációval nagyobb, mint az erdődiszlokáció-sűrűségé. Érdemes megemlíteni összehasonlításképpen, hogy az általunk a plasztikus instabilitásból 0.2 deformációnál Al-1Mg és Al-3Mg ötvözetekben a teljes diszlokációsűrűségekre kapott $1.2 \cdot 10^{14}$ és $3.1 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$ értékek jó összhangban vannak a Röntgen-diffrakciós vonalprofil-analízissel megállapított $0.9 \cdot 10^{14}$ és $3.6 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$ értékekkel [30].

3.2.2. Diszlokációsűrűségek meghatározása a képlékeny alakváltozás fő mechanizmusai alapján

Az előző fejezetben ismertetett kísérleti eredményekből származó diszlokációsűrűség-evolúció igazolása érdekében szükséges megvizsgálni, hogy alátámasztható-e fizikailag elfogadható deformációs mechanizmusra épülő elmélettel. A (3.27) Taylor-egyenlet alapján a σ - ε görbe elméleti úton megkapható, ha megállapí-



3.21. ábra. A mobil- (ρ_m) és erdődiszlokáció-sűrűség (ρ_f) fejlődése képlékeny alakváltozás közben $\dot{\sigma}_0 = 0.2$ feszültségsebességnél (a) Al-0.5Mg, (b) Al-1Mg, (c) Al-2Mg és (d) Al-3Mg ötvözetekben.

tunk valamilyen összefüggést ρ és ε között a képlékeny alakváltozás során. A szakirodalomban számos olyan modellt javasoltak, amelyek a diszlokációsűrűségek fejlődését írják le a deformáció során (ld. 1.3.2. fejezet) [41, 59, 125–127], és úgy tűnik, hogy az alábbi megfigyeléseket mindenféleképpen tartalmaznia kell egy elméletnek, ha jellemezni szeretné a viszonylag alacsony hőmérsékleten végbemenő képlékeny alakváltozási folyamatokat. Először is a folyási feszültség és az átlagos diszlokációsűrűség folytonosan növekszik a képlékeny alakváltozás kezdetekor és telítésbe megy nagy deformációknál. Ennek alapján feltételezhető, hogy – még szobahőmérsékleten is – megújulási folyamatok vesznek részt a deformáció korai szakaszában. Továbbá, mivel kísérleti úton – főleg a t_w várakozási idő (1.13) egyenletbeli felírása következtében – mobil- és erdődiszlokációsűrűségek fejlődését határoztuk meg, ezért a diszlokációsűrűség mindkét típusának – a ρ_m mobildiszlokáció-sűrűségnek és a ρ_f erdődiszlokáció-sűrűségnek – szerepelnie kell abban az analízisben, amelynek célja a diszlokációfejlődés leírása a képlékeny alakváltozás során. A kétféle diszlokációsűrűség szükségességét támasztják alá azok a kísérleti eredmények, melyek szerint cella- vagy szub-

szemcseszerkezet alakul ki a deformációnak már nagyon korai szakaszában, és ezek gyors fejlődésének leírásához figyelembe kell venni mind a két, mozgó és erdődiszlokációk átlagsűrűségének evolúcióját.

Ezen megfontolások alapján elfogadható a Kubin–Estrin-féle diszlokációevolúciós modell [41] alkalmazása a részletesebb elemzés céljából. Ebben a modellben a kétféle diszlokációsűrűség fejlődését az alábbi differenciálegyenlet-rendszer numerikus megoldása szolgáltatja:

$$\frac{d\rho_m}{d\varepsilon} = C_1 - C_2 \cdot \rho_m - C_3 \cdot \rho_f^{1/2} \quad (3.28a)$$

$$\frac{d\rho_f}{d\varepsilon} = C_2 \cdot \rho_m + C_3 \cdot \rho_f^{1/2} - C_4 \cdot \rho_f \quad (3.28b)$$

ahol a C_i paramétereket tartalmazó tagok a képlékeny alakváltozás során felépülő elemi mikroszkopikus folyamatokkal kapcsolatosak, így a mobil diszlokációk sokszorozódásával (C_1), ezek kölcsönös annihilációjával és elakadásával (C_2), rögzüléssel erdődiszlokációkon (C_3), valamint a dinamikus megújulással (C_4).

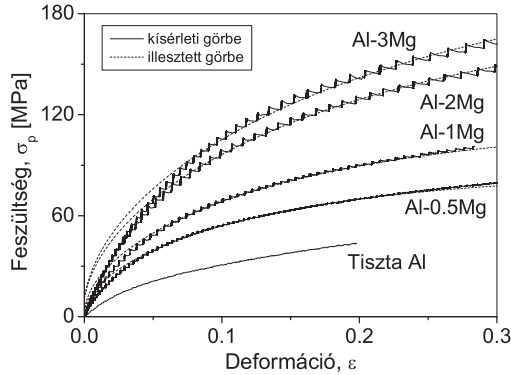
A Kubin–Estrin evolúciós modell alkalmazásának létjogosultságát az is megerősíti, hogy tiszta alumínium és réz széles deformációtartományban történt képlékeny alakítása során kapott kísérleti adatok jellemzésére ez a modell alkalmasnak bizonyult [S2]. A modellegyenletekben szereplő C_i paraméterek megfelelő megválasztásával az elméleti görbék jól írják le a kísérleti tapasztalatokat.

Érdemes még kiemelni a (3.28) diszlokációevolúciós modellel kapcsolatban, hogy a C_2 paraméter újra megjelenik az erdődiszlokáció-sűrűség fejlődését leíró (3.28b) egyenletben abból a célból, hogy az immobil parciális diszlokációk és/vagy immobil dipól pár elrendeződések létrejöttéért, valamint mobil diszlokációk annihilációja során visszamaradt hibák, hurkok megjelenéséért feleljen. Tárgyalásaink során a C_i paramétereket anyagi állandónak tekintjük azzal a megjegyzéssel, hogy némelyikük – különösen C_2 és C_4 , amelyek valójában ρ_m és ρ_f annihilációját jellemzik – függhet a deformációsebességtől és hőmérséklettől, mivel olyan termikusan aktivált folyamatokért felelősek, mint a keresztcsúszás és kúszás (climb).

Az analízis során a C_i paraméterek értékeit úgy választottuk meg, hogy a (3.28) egyenletrendszer numerikus megoldása a legjobban jellemezze a kísérleti σ_p - ε összefüggést, ahol $\sigma_p = \sigma - \sigma_0 = \alpha M \mu b \sqrt{\rho}$ a feszültségnek a képlékeny szakaszbeli növekménye. Az ezzel az eljárással meghatározott C_i értékeket

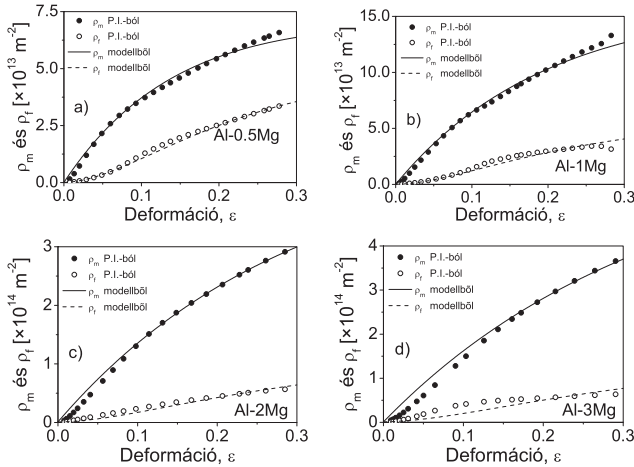
Ötvözet	C1 (m^{-2})	C2	C3 (m^{-1})	C4
Al-0.5Mg	$5.2 \cdot 10^{14}$	5.2	$2.2 \cdot 10^7$	10.7
Al-1Mg	$8.3 \cdot 10^{14}$	3.8	$2.6 \cdot 10^7$	13.6
Al-2Mg	$1.6 \cdot 10^{15}$	2.9	$1.8 \cdot 10^7$	13.0
Al-3Mg	$1.9 \cdot 10^{15}$	2.0	$4.2 \cdot 10^7$	11.6

3.3. táblázat. A (3.28) egyenlet paramétereinek a kísérleti görbékre történő illesztésből meghatározott értékei különböző Al–Mg ötvözeteknél.



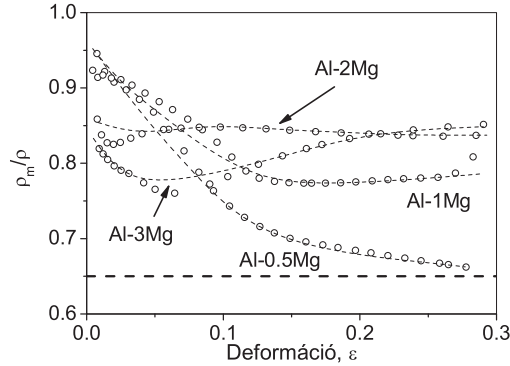
3.22. ábra. A (3.28) egyenlet alapján numerikusan kiszámolt σ_p - ε görbék, valamint a megfelelő kísérleti görbék különböző magnéziumkoncentráció esetén.

a 3.3. táblázat tartalmazza. Az illesztett C_i paraméterekből előállított elméleti σ_p - ε görbéket a megfelelő kísérleti görbékkel együtt mutatja a 3.22. ábra mind-egyik Al–Mg ötvözet esetén. Ez az ábra jó egyezést mutat az elméleti és kísérleti adatok között az alacsonyabb magnéziumtartalmú ötvözetek esetében, igazolva az elméleti KE-modell alapvetéseit. Magasabb magnéziumtartalomnál (2% és 3%) ugyanakkor az eltérés a kísérleti és az illesztett görbe között nagyobb. Az ábrán mindegyik minta esetében megfigyelhető, hogy a kísérleti és elméleti görbék nem egyeznek meg a kis deformációk tartományában nagyjából $\varepsilon = 0.05$ -ig. Hasonló eltérést figyeltünk meg a mért és illesztett görbék eleje között tiszta fémek esetében is [S2].



3.23. ábra. A plasztikus instabilitásokból, valamint a (3.28) egyenlet alapján meghatározott mobil- és erdődiszlokáció-sűrűségek fejlődése a deformáció függvényében (a) Al-0.5Mg, (b) Al-1Mg, (c) Al-2Mg és (d) Al-3Mg ötvözetek esetén.

A 3.23. ábra a KE-modellből kiszámolt mobil- és erdődiszlokáció-sűrűségek fejlődését mutatja a deformáció függvényében a plasztikus instabilitásokból származtatottakkal együtt (3.21. ábra). Látható, hogy híg ötvözetek esetében a kétféleképpen meghatározott mennyiségek jól megegyeznek, igazolva a plasztikus instabilitásokon alapuló eljárás érvényességét. Magasabb Mg-tartalom esetén – különösen Al-3Mg esetén – jelentős eltérés figyelhető meg az említett mennyiségek között, amely a diszlokációk és oldott atomok közötti fokozott kölcsönhatással magyarázható. Jól ismert jelenség [30], hogy Mg hozzáadása gátolja a megújulási folyamatokat alumíniumban. A mi esetünkben a diszlokáció-ötvöző-kölcsönhatás magas Mg tartalom mellett jelentősen megváltozhat a növekvő diszlokációsűrűséggel, módosítva az annihiláció és a dinamikus megújulás hatását, következésképpen megváltoztatva a C_2 (és C_4) paraméter értékeit a deformáció függvényében. Feltéhetően a C_2 és C_4 paraméterek deformációfüggő értékei miatt nem tudjuk egységesen a (3.28) egyenletrendszerrel leírni a kísérleti adatokat a magasabb ötvözőtartalmú minták esetében. Hangsúlyozni kell

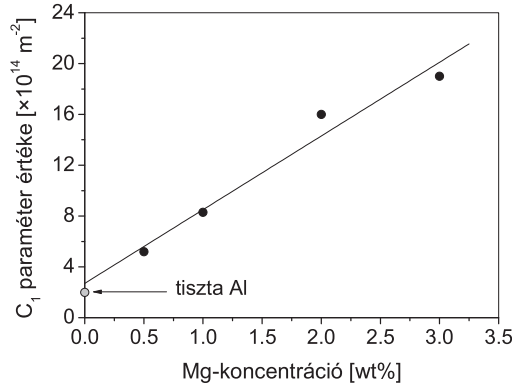


3.24. ábra. A ρ_m/ρ arány fejlődése a képlékeny alakváltozás során a vizsgált Al-Mg ötvözetekben.

azonban, hogy minden általunk vizsgált ötvözet esetében a különböző módon meghatározott mindkét mennyiség, ρ_m és ρ_f , fejlődésükben hasonló tendenciát mutat a képlékeny alakváltozás során.

3.2.3. Magnéziumadalék hatása a diszlokációsűrűségek fejlődésére Al-Mg ötvözetek képlékeny alakváltozása során

A plasztikus instabilitások jellemzőiből kapott, a 3.21 ábrán feltüntetett eredményekkel kapcsolatban a 3.2.1. fejezetben említettük, hogy mind a mozgó-, mind az erdődiszlokáció-sűrűségek növekednek a növekvő magnéziumkoncentrációval. Megállapítottuk továbbá azt is, hogy a mozgódiszlokáció-sűrűség növekedése nagyobb mértékű, mint az erdődiszlokáció-sűrűségé. A 3.24. ábra a $P_m = \rho_m/\rho$ mobildiszlokáció-sűrűség arányát mutatja a teljes diszlokációsűrűséghez képest a vizsgált ötvözetek esetén. P_m monotonon csökken 0.9-ről 0.65-re és 0.77-re az Al-0.5Mg és Al-1Mg ötvözetek esetén, és csak kissé változik 0.75 és 0.85 között magasabb Mg-tartalomnál. Megfigyelhető, hogy $\varepsilon \approx 0.13$ -tól a P_m értéke egy koncentrációtól függő, közel állandó értékre áll be.



3.25. ábra. A (3.28a) egyenletbeli C_1 paraméter értéke a magnéziumkoncentráció függvényében Al–Mg ötvözetekben.

A numerikus számolások eredményei (ld. 3.3. táblázat) azt mutatják, hogy a Mg-tartalom erősen fokozza a C_1 paraméter által jellemzett mobildiszlokációs-sűrűség többszöröződését. C_1 értékeit ábrázolva a C Mg-koncentráció függvényében, egy jó közelítésben lineáris összefüggés figyelhető meg, ahogy az a 3.25 ábrán látható. A lineáris összefüggést extrapolálva a nulla Mg-koncentrációhoz C_1 értékére $2.5 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$ kapható, amely közel van a tiszta alumíniumban kapott $2.0 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$ értékhez [S2]. A növekvő magnéziumtartalommal csökkenő C_2 paraméter értékét tekintve (ld. 3.3. táblázat) az is megállapítható, hogy a mobildiszlokáció-sűrűség annihilációja csökken a magnézium hozzáadásával. Egyrészt adott ρ_m mobildiszlokáció-sűrűségeknél minél nagyobb a Mg-koncentráció, a mobil diszlokációk annál kisebb hányada alakul át erődizlokációvá, másrészt pedig a magnézium hozzáadása csökkenti a megújulási folyamatokat Al–Mg ötvözetekben. Ezek a hatások együtt határozzák meg mindkét diszlokációsűrűség fejlődését. Közismert, hogy a Mg atomok elhelyezkedés szempontjából előnyben részesítik az éldiszlokációk dilatált zónáját, és még a diszlokációk nem konzervatív mozgását is megakadályozzák [35]. Az erős diszlokáció-ötvöződ-kölcsönhatás eredményeképpen magasabb Mg-tartalomnál a diszlokációk kevésbé tudnak csoportosulni a minimális deformációs energiájú alakzatok-

ba. Ezt támasztják alá korábbi transzmissziós elektronmikroszkópos tanulmányok [30,128], amelyek megmutatták, hogy a diszlokációk által kialakított szubszerkezetek képlekenyen alakított 3–6%-os magnéziumkoncentrációjú Al–Mg ötvözetekben diszlokációhurkok viszonylag egyenletes eloszlásából áll, azaz nem formálódnak kifejezett cellastruktúrák, míg tiszta alumínium esetén a diszlokációk cellafalakba rendeződnek már akár 5%-os deformáció hatására (ld. 1.3.1. fejezet). Mivel a cellafalakban elakadt diszlokációk nem mozgékonyak [129], az erdődiszlokációk relatív hányada nagyobb alacsonyabb Mg tartalom mellett. A kialakuló cellastruktúrákat jelzi a P_m értékének gyors csökkenése az alacsony magnéziumtartalmú ötvözetek esetén (3.24. ábra). A szétszórt diszlokációhurkok eloszlásának egy másik következménye a diszlokációk átlagos szabad úthosszának lecsökkenése a magasabb magnéziumkoncentrációjú ötvözetekben, ami a diszlokációk gyakoribb kereszteződését vonja maga után. Ez a Frank–Read-mechanizmusnak megfelelően gyorsabb diszlokációképződést eredményez, nagyobb mozgódiszlokáció-sűrűséget vonva maga után.

3.2.4. Összefoglalás

Al–Mg ötvözetek mikroszerkezeti fejlődését vizsgáltuk állandó feszültségsebességgű egytengelyű összenyomásnál megfigyelhető plasztikus instabilitásokra jellemző feszültség–deformáció görbék elemzésével. Főbb eredményeink a következők:

1. Az egytengelyű összenyomásnál megfigyelt lokális feszültségnövekményekből, valamint a globális feszültség–deformációs görbéből meghatározható a mozgó- és erdődiszlokáció-sűrűség fejlődése.
2. A kísérletileg meghatározott diszlokációsűrűségek fejlődése jó összhangban van a globális feszültség–deformáció-görbére illesztett irodalmi modell [41] eredményeivel.
3. A magnéziumtartalom növelése szilárdoldatos Al–Mg ötvözetekben erősen fokozza a mozgó diszlokációk többszöröződését és csökkenti a mozgó diszlokációk elakadását és az erdődiszlokációk megsemmisülését. Ez a magnézium hozzáadásával együtt járó erős szilárdságnövelő hatáshoz vezet.

3.3. Kiválások hatása a túttelített Al–Zn–Mg ötvözetek képlékeny alakváltozására [S1, S5]

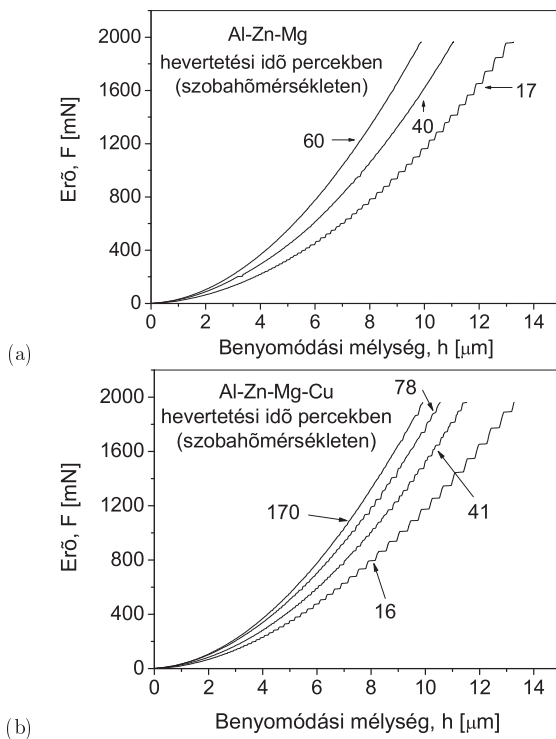
Ebben a fejezetben többkomponensű túttelített szilárdoldatok szétesésének a képlékeny alakváltozásra gyakorolt hatását vizsgáljuk. Vizsgálatainkat az Al–Zn–Mg ötvözetcsaládon végeztük, amelynek kiváló mechanikai tulajdonságai már szobahőmérsékleten megmutatkoznak a nemesítési folyamatok során keletkező GP-zónáknak köszönhetően. Vizsgálatainkban elsősorban a GP-zónáknak a mechanikai tulajdonságokra való hatását, illetve a zónák képződésére vonatkozó kinetikát tanulmányoztuk. A méréseket dinamikus mikrokeményiség-méréssel és szinkrotronforrás melletti kisszögű röntgenszórással végeztük el (ld. 2.2.2. fejezet).

3.3.1. Kiválási folyamatok hatása a plasztikus tulajdonságokra dinamikus mikrokeményiség-mérések során

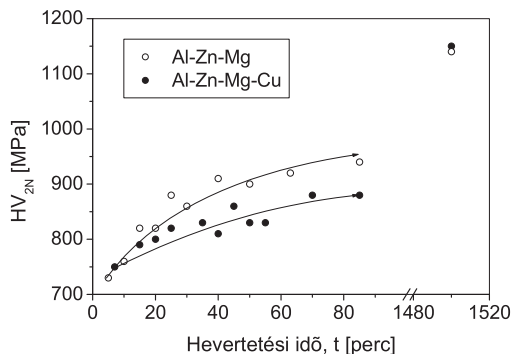
A 3.26. ábra néhány tipikus erő–benyomódási mélység ($F-h$) görbét mutat a természetes öregedés korai szakaszából a kétféle vizsgált ötvözet esetében. Az ábrán jól látható, hogy a hevertetési idő előrehaladtával mind a globális, mind a lokális plasztikus tulajdonságok jelentősen változnak. Egyrészt az idő elteltével ugyanakkora erőhöz egyre kisebb benyomódási mélység tartozik, ami az anyag felkeményedésére utal. A lokális viselkedést tekintve pedig az figyelhető meg, hogy kezdetben a benyomási görbéken szabályosan fejlődő instabilitási lépcsők jelennek meg, amelyek a hevertetési idő előrehaladtával egyre rendszertelenebbé válnak, majd eltűnnek.

3.3.1.1. A szobahőmérsékleti hevertetés – önnemesedési folyamatok – hatása a globális keménységre

A 3.27. ábra a természetes öregedésnek a maximális terheléshez (2 N) tartozó Vickers-mikrokeményiségre (HV_{2N}) gyakorolt hatását mutatja az öregedés korai szakaszában szobahőmérsékleten hevertetett Al–Zn–Mg és Al–Zn–Mg–Cu ötvözetek esetén. A mikrokeményiség kezdeti gyors növekedése arra utal, hogy a GP-zónák képződése szobahőmérsékleten az edzést követően azonnal (10 percn belül) megindul. A GP-zónák hatásának tulajdonítható, hogy mindkét ötvözet



3.26. ábra. Erő-benyomódási mélység görbék az edzéstől számított különböző időpontokban (a) Al-Zn-Mg és (b) Al-Zn-Mg-Cu ötvözet esetén.



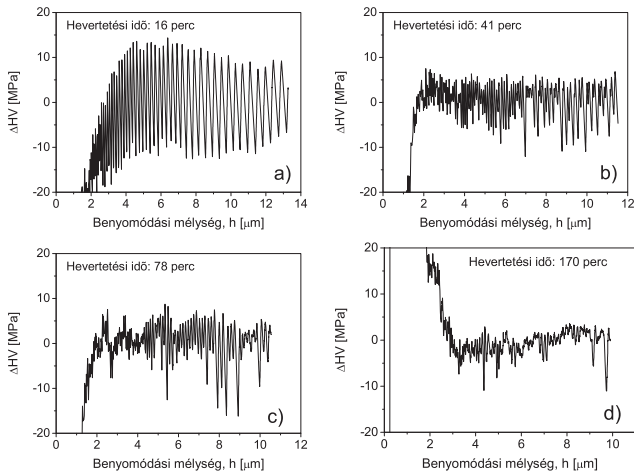
3.27. ábra. Az önnemesedés hatása a vizsgált ötvözetek Vickers-mikrokeménységére.

mikrokeménysége folyamatosan növekszik a szobahőmérsékleti hevertetés során. A HV_{2N} változása mutatja a rézadalék hatását. Látható, hogy HV_{2N} -nek gyakorlatilag azonos kezdeti értéke után – amely nagyjából a szilárdoldat-állapot keménységének tekinthető – a keményedés kezdeti sebességét a réz hozzáadása csökkentette, így az önnemesedés bizonyos szakaszában a réztartalmú ötvözet mikrokeménysége – a nagyobb ötvözőtartalom ellenére – kisebb, mint a háromalkotós Al-Zn-Mg ötvözeté. A folyamat későbbi szakaszában a 0.35 tömeg% réztartalom hatása ugyanakkor elhanyagolhatónak tűnik. Körülbelül 24 óra öregedés után semmilyen különbség sincs a két ötvözet keménysége között. Érdekes megjegyezni, hogy 1%-ot meghaladó réztartalom felett az Al-Zn-Mg-Cu ötvözetek szilárdsága már nagyon érzékeny a réztartalomra. Hasonló Zn- és Mg-tartalom mellett 1.1 tömeg% Cu hozzáadása például már jelentősen – kb. 50%-kal – növeli az Al-Zn-Mg ötvözet szilárdságát [10, 15].

3.3.1.2. Az önnemesedés hatása a plasztikus instabilitásokra benyomás során

A lokális plasztikus viselkedés jellemzése érdekében a 3.1.1.2. fejezetben leírt eljárást alkalmaztuk a benyomási F - h görbék feldolgozására. A 3.28 ábrán látható ΔHV - h görbék jól mutatják a szobahőmérsékleti hevertetés hatását az

Al-Zn-Mg-Cu ötvözet lokális képlékeny viselkedésére. Rövid ideig hevertetett minták esetén (ld. a 3.26(b) és a 3.28(a) ábrát) – hasonlóan a 3.1.1. fejezetben megismert szilárdoldat állapotú Al-Mg ötvözetekhez – határozottan jelentkező és szabályosan fejlődő lépcsők, valamint ΔHV mikrokeménység-ingadozások figyelhetők meg. Hosszabb ideig tartó hevertetés esetén ugyanakkor a lépcsők megjelenéséhez tartozó kritikus h_c benyomódási mélység egyre nagyobb lesz, emellett az instabilitási lépcsők megjelenése és fejlődése rendszertelenné válik, a lépcsők hol eltűnnek, hol megjelennek, nagyságukat tekintve sem lehet határozott tendenciát felfedezni. Végül egy bizonyos t_t hevertetési idő elteltével a lépcsők teljesen eltűnnek a görbékről, a ΔHV mikrokeménység-kitérések értéke is gyakorlatilag nulla az egész benyomási folyamat során, sima $F-h$ görbékét kapunk, ahogy az a 3.26(b) és a 3.28(d) ábrán megfigyelhető. A karakterisztikus t_t időnél hosszabb hevertetési idők esetében plasztikus instabilitás nem lép fel a benyomások során.

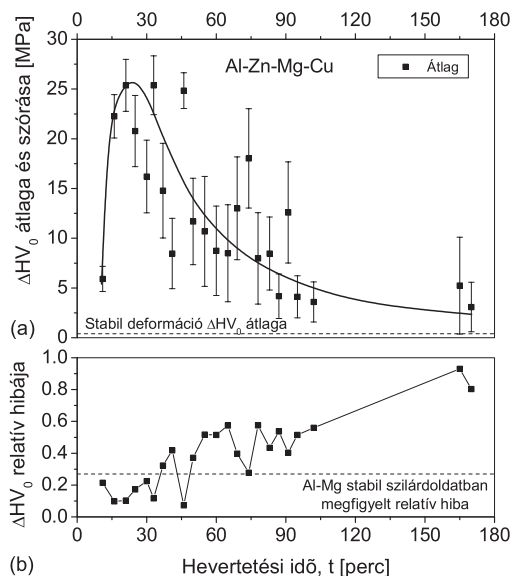


3.28. ábra. A természetes öregedés hatása a ΔHV mikrokeménység-ingadozások megjelenésére és fejlődésére Al-Zn-Mg-Cu ötvözet esetén (a) 16 perces, (b) 41 perces, (c) 78 perces és (d) 170 perces hevertetés után.

3.3.1.3. A benyomódás során fellépő plasztikus instabilitás statisztikai leírása

A benyomási folyamat és a vizsgált ötvözetek lokális képlékeny viselkedésének kvantitatív leírására az 1.4.5 vagy a 3.1.1.2. fejezetben alkalmazott módszerek nem alkalmasak. Az ott ismertetett eljárások impliciten feltételezték a lépcsők fejlődésének szabályos voltát, ami a jelenleg vizsgált görbéken azonban fokozatosan megszűnik. Ennek oka az anyag mikroszerkezetének állandó változásában keresendő. Az instabilitási lépcsők kezdeti megjelenése egyértelműen arra utal, hogy az anyag jelentős része még szilárdoldat állapotban van. A lépcsős folyás ugyanis a diszlokációk és a szilárdoldat állapotban könnyen elmozduló ötvözőatomok dinamikus kölcsönhatásának, valamint a diszlokációk kollektív, összehangolt viselkedésének makroszkopikus következménye. A mátrixban azonban idővel egyre több és egyre nagyobb GP-zóna keletkezik, ami egyrészt csökkenti a szilárdoldatban lévő ötvözőatomok számát, másrészt másképp akadályozza a diszlokációk mozgását. A diszlokációk mozgását egyre jobban befolyásolják ezek az akadályok, amelyek rendszertelen elhelyezkedésüknél fogva a diszlokációk mozgását is rendszertelenné teszik, kollektív viselkedésüket fokozatosan szétzilálva. A diszlokációk mozgásában és így a lépcsők megjelenésében is tehát egyre nagyobb szerepet kapnak a véletlen folyamatok, melyek leírására és jellemzésére statisztikai módszerek a legkézenfekvőbbek.

A statisztikai leírás során olyan paramétereket keresünk, amelyek jól tükrözik a változó mikroszerkezet következtében kialakuló változásokat, a lépcsők és az ezeket kiváltó plasztikus instabilitási folyamat fokozatos eltűnését. A 3.28 ábrán látható mikrokeménység-kitérések benyomódási mélység szerinti fejlődése jól tükrözi ezt a folyamatot. Ezeknél a görbéknel jól vizsgálható a mikrokeménység-oszcillációk amplitúdóinak változási tendenciája. Mivel a lépcsők nem szabályosan növekednek, így ezen amplitúdók sem állandóak a benyomási folyamat során, ahogy azt a 3.1.1.2. fejezetben tapasztaltuk. Minden mérésre ezen mikrokeménység-növekmények átlaga a jellemző, a rendszertelen fejlődésüket pedig a szórás vagy a relatív hiba mutatja. Az eredmények Al–Zn–Mg–Cu ötvözet esetén a 3.29 ábrán láthatóak. A 3.29(a) ábra szerint a mikrokeménység-növekmények átlaga – az első mérési ponttól eltekintve – kezdetben nagy, majd a hevertetési idő előrehaladtával fokozatosan csökken. Ezzel párhuzamosan ΔHV_0



3.29. ábra. A ΔHV_0 amplitúdók (a) átlaga, szórása és (b) relatív hibája a hevertetési idő függvényében Al-Zn-Mg-Cu ötvözet esetén.

szórása kezdetben kicsi, a középső szakaszban megnő, az utolsó méréseknél azonban megint kicsi. A relatív hiba (3.29(b) ábra) azonban az általunk vizsgált időtartományban fokozatosan nő. Ezek mind azt jelzik, hogy kezdetben szabályos, nagy felkeményedések vannak (nagy átlag, kis szórás, kis relatív hiba), melyek nagysága idővel lecsökken, de úgy, hogy a felkeményedések egy mérésen belül rendszertelenül jelentkeznek: nagy keménységnövekményeket kisebbek szakítják meg (csökkenő átlag, nagy szórás, növekvő relatív hiba), a végén pedig kis mértékű mikrokeményiség-növekmények jelennek meg igen rendszertelenül egy mérésen belül (kis átlag, kis szórás, nagy relatív hiba). A 3.29(b) ábrán szaggatott vonallal feltüntetettük a szabályos deformációsoszillációt mutató, stabil szilárdoldat állapotú Al-Mg mintáknál megfigyelt relatív hibát. Ahol az önmeheső ötvözet relatív hibája átlépi ezt a határt, egy olyan karakterisztikus t_i

időt jelöl ki, amelynél a mikrokeménység-növekmények fejlődése szabálytalanná válik. Ez valahol a 40. perc környékén következik be. Erre a változásra utal az is, hogy a ΔHV_0 átlaga nagyjából ekkor kezd intenzív csökkenésbe. A plasztikus instabilitások végleges megszűnését jelző t_t időnek a megjósolása a 3.29(a) ábra alapján nem tehető meg pontosan. Az utolsó mérésnél megfigyelt ΔHV_0 átlag még mindig sokkal nagyobb, mint amit tiszta Al vagy plasztikus instabilitást nem mutató Al-0.45Mg mintánál figyelhetünk meg ($< \Delta HV_0 \approx 0.3$, ld. szaggatott vonal az (a) ábrán). A statisztikai adatok alapján tehát a deformációsoscillációk eltűnése a tendenciák figyelembe vételével kb. $t_t \approx 300$ percre extrapolálható.

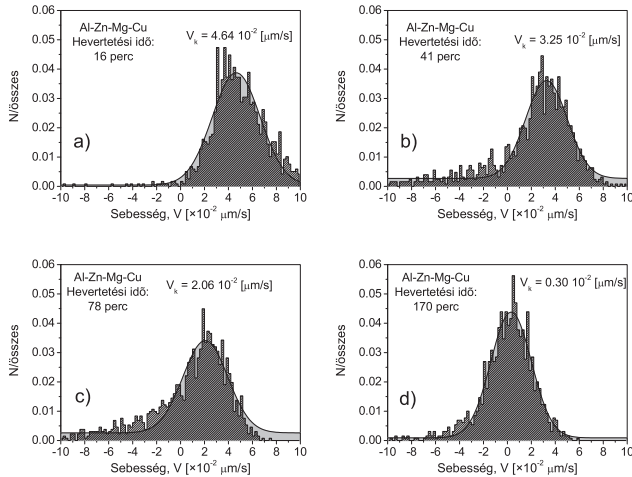
A globális F - h benyomási görbék kisimulása, a lépcsők fokozatos eltűnése jól jellemezhető a lokális fejsebesség, V statisztikájával, amelyet a következőképpen kaphatunk meg:

$$V = \frac{\partial(\Delta h)}{\partial t}, \quad (3.29)$$

ahol $\Delta h = h_{\text{mért}} - h_{\text{illesztett}}$ a mért benyomódási mélység eltérése a stabil viselkedést reprezentáló $h_{\text{illesztett}}$ -től. A $h_{\text{illesztett}}$ mennyiséget a globális h - F görbére a

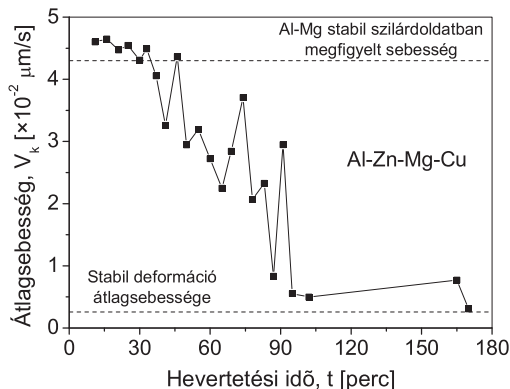
$$h_{\text{illesztett}} = A_h \cdot F^{\tilde{r}} \quad (3.30)$$

hatványfüggvényt illesztve kapjuk meg, ahol A_h egy koncentrációfüggő együtt-ható, \tilde{r} pedig reciproka a (3.2) képletben szereplő r kitevőnek. A V mennyiség tehát a benyomófejnek a stabil viselkedéshez viszonyított sebességét adja meg. Lépcsők jelenlétében a F - h görbéken a lassan növekvő meredek szakaszon ez egy kis pozitív értéket ad, míg a gyorsan változó lapos szakaszon nagy negatív értéket vesz föl. Nyilvánvaló, hogy V értéke folyamatosan nulla körül alakul, amennyiben plasztikus instabilitások nem jelentkeznek, mert ekkor Δh értéke nagyjából nulla végig a benyomás során. A 3.30. ábra a V sebességnek az Al-Zn-Mg-Cu ötvözetben különböző hevertetési időpontokban meghatározott eloszlásait mutatja. A hisztogramok jó egyezéssel Gauss-görbével illeszthetők, hiszen a legvalószínűbb sebességértéktől való eltérés véletlen ingadozások következménye. A Gauss-görbe várható értéke pedig a fej sebességének legvalószínűbb értékét adja a stabil folyamat körül. Az ábrán megfigyelhető, hogy rövid ideig tartó hevertetés után V leggyakoribb értéke viszonylag messze esik nullától, jelezvén, hogy plasztikus instabilitások lépnek fel a természetes öregedés kezdeti



3.30. ábra. A benyomófej stabil viselkedéséhez viszonyított sebességének eloszlása különböző hevertetési időpontokban Al-Zn-Mg-Cu ötvözet esetén (a) 16 perces, (b) 41 perces, (c) 78 perces és (d) 170 perces hevertetés után.

szakaszában. A hevertetési idő előrehaladtával ez az érték fokozatosan nullához tart, jelezve az instabilitási folyamatok eltűnését. A 3.31 ábrán a V sebesség leggyakoribb értéke, V_k látható a hevertetési idő függvényében. Az ábrán szaggatott vonallal tüntettük fel a szabályos deformációsoszillációkat mutató Al-Mg ötvözetek esetén megfigyelt leggyakoribb fejsebességet, valamint a plasztikus instabilitások nélküli stabil deformáció esetén mutatkozó fejsebességet. Látható, hogy a felső szaggatott vonalat ebben az esetben is kb. 40 perc környékén hagyja el a görbe jelezvén, hogy az oszcillációk nagyjából ekkor válnak szabálytalanná (t_i). Az ábrázolt pontok tendenciájából a réztartalmú ötvözet t_i karakterisztikus ideje ezen adatok alapján kb. 180 perccel becsülhető. Ezt összevetve a ΔHV_0 átlagából és szórásából kapott 300 perccel, elmondható, hogy az instabilitási lépcsők a réztartalmú ötvözetben valamikor a 200. perc környékén tűnnek el. Ez az érték többszöröse annak, mint ami a háromalkotós Al-Zn-Mg ötvözet esetében extrapolálható, amelynél az instabilitási lépcsők 40 percen belül eltűnnek a természetes öregedés során.



3.31. ábra. A V_k leggyakoribb fejsebesség értékei a hevertetési idő függvényében Al-Zn-Mg-Cu ötvözet esetén.

3.3.1.4. A kísérleti eredmények értelmezése

Figyelembe véve, hogy a plasztikus instabilitások létrejöttét a diffundáló ötvözőatomok és a mozgó diszlokációk kölcsönhatása okozza, a lokális ingadozás megjelenése a mikrokeménységben kapcsolatban van az ötvözet szilárdoldat fázisának tulajdonságaival. A plasztikus instabilitások eltűnése ugyanakkor két folyamat akár együttes következménye lehet: egyrészt a GP-zónák növekedtével csökken az ötvözőkoncentráció a szilárdoldatú mátrixban, másrészt a minta belső szerkezetének változására vezethető vissza. A stabil szilárdoldatú Al-Mg ötvözetek esetében az instabilitási lépcsők és a ΔHV mikrokeménység-kitérések szintén kevésbé hangsúlyosakká váltak az ötvözőtartalom csökkenésével, de – a kritikus ötvözőkoncentráció fölött – mindig rendszeresen és folyamatosan jelentek meg a benyomási folyamat során (3.1. ábra). A vizsgált önmemesedő Al-Zn-Mg(-Cu) ötvözetekben az instabilitási lépcsők még végleges eltűnésük előtt, t_i hevertetési idő után szabálytalanná válnak, megjelenésük rendszertelen lesz, hol eltűnnek, hol újra megjelennek a benyomás során. Ebből arra következtethetünk, hogy inkább a változó mikroszerkezet okozza a plasztikus instabilitások rendszertelenné válását, megszűnését. A GP-zónák jelenléte miatt az anyag csak viszonylag rövid ideig tekinthető egyfázisú szilárdoldatnak. Az instabilitási lép-

csők megjelenése azonban azt jelzi, hogy a GP-zónák kezdetben nem elég erősek, hogy elnyomják a dinamikus öregedés hatását. Mikor azonban a GP-zónáknak a mozgó diszlokációra kifejtett hatása dominánssá válik az ötvözőatomokéval szemben, az instabilitási lépcsők eltűnnek a benyomási görbékről. Így a plaztikus instabilitások t_t karakterisztikus ideje egy jellegzetes állapotot jelöl ki a zónák kialakulásának és fejlődésének folyamatában.

3.3.2. Guinier–Preston-zónaképződés korai szakaszának kinetikája

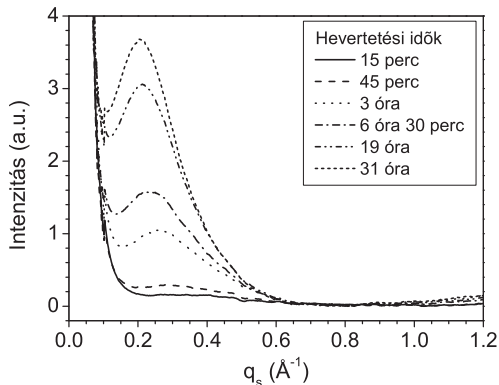
A vizsgált ötvözetek képlékeny tulajdonságaiból megállapított t_i és t_t karakterisztikus idő, valamint az instabilitási lépcsők eltűnése a zónaképződés kinetikájában bekövetkező változásra utal. Ennek a kinetikának alaposabb feltérképezése érdekében mikroszerkezeti szinten követtük nyomon a GP-zónák időbeli fejlődését kisszögű röntgenszórásos (SAXS) mérések segítségével, amely a mátrixban megjelenő kis méretű részecskék megfigyelésére alkalmas módszer. A méréseket nagytisztaságú alapanyagokból készült Al-5.7%Zn-1.9%Mg, valamint rezet és cirkóniumot is tartalmazó Al-5.7%Zn-1.9%Mg-1.4%Cu-0.14%Zr ötvözeteken végeztük.

3.3.2.1. A Guinier–Preston-zónák mérete és térfogati hányada

A 3.32 ábrán az Al-Zn-Mg-Cu-Zr ötvözet néhány tipikus spektruma látható különböző hevertetési időpontokban 600 °C-on 20 percig tartó oldó hőkezelést követően. Szobahőmérsékletű vízben történő edzés után az önnemesedés során fellépő folyamatok tükröződnek a diffrakciós intenzitás-eloszlás időbeli változásában. A SAXS intenzitásgörbék mindegyike egy maximumot mutat, amelynek nagysága folyamatosan növekszik a hevertetési idő előrehaladtával, jelezvén, hogy GP-zónák képződnek az Al-mátrixban.

A fizikai spektrumok kiértékelése, valamint a kialakult részecskék méretének és a térfogati hányadának meghatározása érdekében a Guinier-közelítést [110, 111] alkalmaztuk a kisszögű tartományban:

$$I \propto \exp\left(\frac{-q_s^2 R_g^2}{3}\right), \quad (3.31)$$

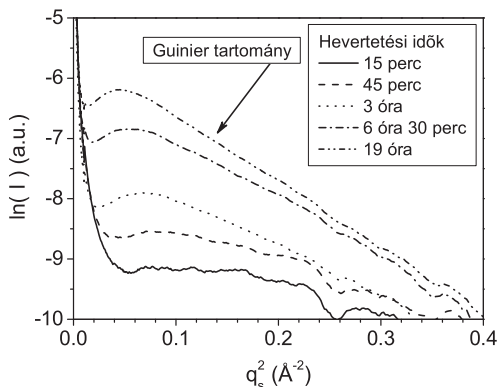


3.32. ábra. Az intenzitás alakulása a szórási vektor hosszának függvényében különböző hevertetési időpontokban Al–Zn–Mg–Cu–Zr ötvözet esetén 600 °C-on 20 percig tartó oldó hőkezelést és szobahőmérsékletű vízben történő edzést követően.

ahol I az egységnyi térfogatra és időre normalizált intenzitás, q_s a szórási vektor hossza és R_g a girációs sugár. A (3.31) egyenlet alapján elkészített $\ln(I)$ vs. q_s^2 Guinier-ábra a 3.33 ábrán látható. Amennyiben a Guinier-ábrán egyenes szakasz figyelhető meg egy bizonyos tartományban, a megfelelő girációs sugár kiszámolható az egyenes meredekségéből. A girációs sugárból származtatott részecske-méret csak abban az esetben fogadható el, ha az megfelel a Guinier-feltételnek, mely szerint $0.8 < q_s R_g < 2$. A girációs sugárból – gömb alakú részecskéket feltételezve – az R_{eq} ekvivalens sugár az alábbi képlet segítségével számolható ki:

$$R_{eq} = \sqrt{5/3} \cdot R_g. \quad (3.32)$$

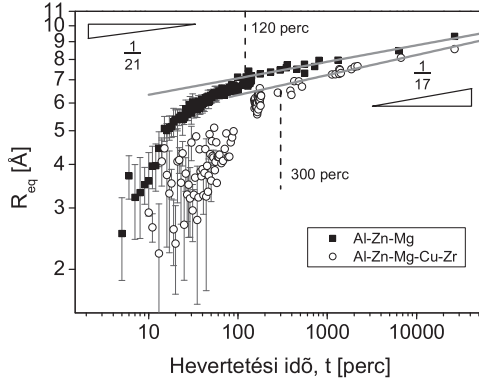
A 3.33 ábrán látható Guinier-görbékben viszonylag széles q_s tartományban figyelhető meg egyenes szakasz, ami arra utal, hogy a mátrixban keletkezett részecskéknak egy jól definiált és körülbelül egyforma mérete van a klaszterképződés mindegyik vizsgált szakaszában. A mérések Guinier-görbéire (vö. 3.33. ábra) a $0.1 \text{ Å}^{-2} < q_s^2 < 0.22 \text{ Å}^{-2}$ intervallumban illesztett egyenesek meredekségéből kapott R_{eq} ekvivalens részecskesugár változását a 3.34. ábra mutatja a



3.33. ábra. Tipikus Guinier-ábrák Al-Zn-Mg-Cu-Zr ötvözet esetén különböző hevertetési időpontokban.

hevertetési idő függvényében. Az ábra mindazon mérésekből származó adatokat tartalmazza, amelyeket különböző hőmérsékleten és különböző ideig tartó oldó hőkezelések után végeztünk mindkét ötvözet esetében. Az ekvivalens részecskeméret a kezdeti 2 Å-tól 9 Å-ig növekszik, amely részecskéként körülbelül 8 és 200 atomnak felel meg. Ezek a részecskeméret-értékek megegyeznek a szakirodalomban található értékekkel [130]. A növekedési folyamat viszonylag hosszú ideig (több ezer percre) tart, és nincs jele telítésnek még $3 \cdot 10^4$ perces hevertetés után sem.

A 3.34. ábra alapján két kinetikus tartomány, egy gyors és egy lassú különböztethető meg az önnemesedés során. A lassú tartomány jól jellemezhető az ekvivalens sugár és a hevertetési idő logaritmusai közötti lineáris kapcsolattal ($\lg R_{eq} \propto \lg t$), ami azt jelenti, hogy az ekvivalens sugár a hevertetési idő hatványfüggvénye ($R_{eq} \propto t^m$). Ebben a tartományban R_{eq} a hevertetési időnek $1/21 \pm 4 \cdot 10^{-3}$ és $1/17 \pm 4 \cdot 10^{-3}$ kitevőjével növekszik az Al-Zn-Mg és Al-Zn-Mg-Cu-Zr ötvözetek esetében. Az az időpont, ahol a mért adatok eltérnek az illesztett egyenestől, egy karakterisztikus időt (τ_t) jelöl ki, amely elválasztja a gyors és lassú kinetikájú régiókat. Ez az idő az Al-Zn-Mg minták esetében 120 ± 20 percnél, a Al-Zn-Mg-Cu-Zr mintáknál 300 ± 100 percnél adódott.



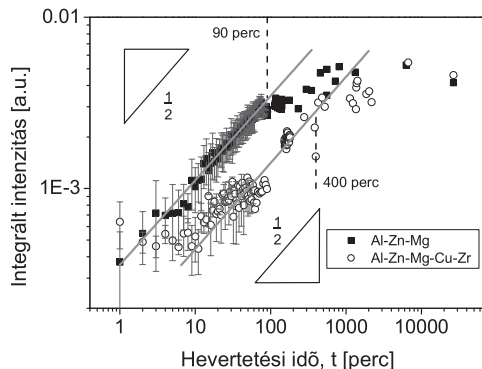
3.34. ábra. Az ekvivalens sugár fejlődése a természetes öregedés során.

A minták előkészítése során alkalmazott oldó hőkezelés különböző hőmérsékletének és időtartamának láthatólag nincs hatása a növekedési kinetikára. Az egyetlen paraméter, amely a növekedési kinetikára szignifikáns hatással van, a két ötvözet eltérő összetétele. A 3.34 ábrán jól megfigyelhető, hogy a réz hozzáadása lelassítja a klaszterképződés folyamatát az Al-Zn-Mg ötvözetben, de a növekedési kinetika jellegét alapvetően nem befolyásolja.

A kis részecskék térfogati hányadával kapcsolatos Q integrált intenzitás az alábbi összefüggés szerint számítható ki:

$$Q = \int_0^\infty I(q_s) q_s^2 dq_s \propto (\Delta\rho)^2 \cdot V_{teljes} \propto f_v (1 - f_v) \cong f_v, \quad (3.33)$$

ahol $\Delta\rho$ a részecskék és a mátrix elektronsűrűségének különbsége, V_{teljes} a részecskék teljes térfogata és f_v a térfogati hányad. A Q és f_v közötti egyenes arányosság csak addig közelíthető, amíg f_v kicsi és a részecskék összetétele változatlan. Mivel az általunk vizsgált szögtartomány eléri az 111 Bragg-reflexió faroktartományát (ld. a 3.32 ábrát $q_s > 0.9$ esetén), ezt a megfelelő integrálási határok megválasztásával lehet figyelembe venni az integrált intenzitás meghatározásánál. A $0 \text{ \AA}^{-1} < q_s < 0.75 \text{ \AA}^{-1}$ intervallumban numerikus integrálással kiszámolt integrált intenzitást mutatja a 3.35. ábra a hevertetési idő függvényé-



3.35. ábra. Az integrált intenzitás, amely nagyjából arányos a kis részecskék térfogati hányadával, a hevertetési idő függvényében Al-Zn-Mg és Al-Zn-Mg-Cu-Zr ötvözetek esetén.

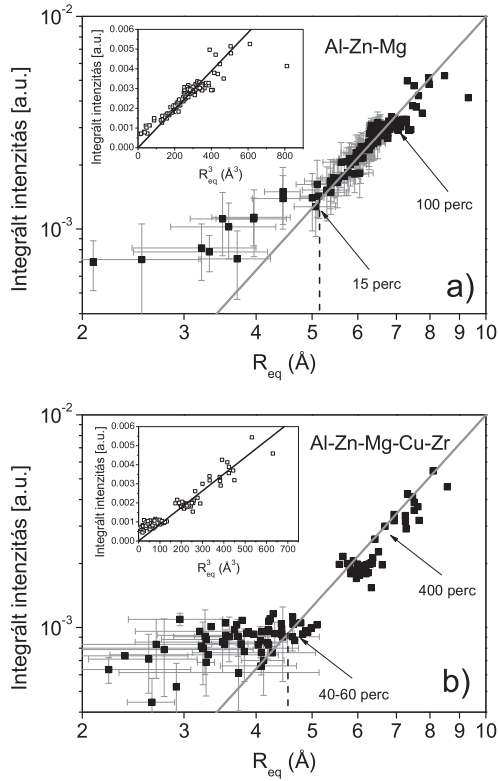
ben a két ötvözetből készült összes minta esetében, függetlenül az oldó hőkezelés körülményeitől. Ezek a görbék szintén hasonló tendenciát mutatnak, mint a sugár-idő görbék. Ebből a kinetikából is látható, hogy kezdetben az integrált intenzitás eléggé gyorsan növekszik, és egy bizonyos idő után a növekedés lelassul. A gyors tartományban a kinetika egy lineáris $\lg Q - \lg t$ összefüggéssel jellemezhető, amely – feltételezve Q és f_v arányosságát – azt jelenti, hogy a térfogati hányad a hevertetési idő hatványfüggvénye ($f_v \propto t^n$). A kitevőkre mindkét ötvözet esetében $1/2 \pm 0.04$ adódott. A réz hozzáadása ugyan nem befolyásolja a kinetikát vezérlő folyamatokat, viszont lelassítja a kis részecskék térfogati hányadának növekedését. Az integráltintenzitás-adatok alapján ebben az esetben is egy karakterisztikus idő határozható meg a mért adatoknak az illesztett egyenestől való eltéréséből, amelyre nagyjából ugyanakkora érték adódott, mint az $R_{eq}-t$ görbéknél megállapított τ_t karakterisztikus időre, azaz Al-Zn-Mg mintáknál 90, Al-Zn-Mg-Cu-Zr mintáknál 400 perc.

3.3.2.2. A Guiner–Preston-zónaképződés kinetikájának szakaszai

A fent említett folyamatok kvalitatív leírásával kapcsolatban abból kell kiindulnunk, hogy edzést követően a magas vakanciakoncentráció következményeként az ötvözők diffúziója viszonylag gyors, de ezzel együtt a többletvakanciakoncentráció lassan csökken. A folyamat kezdeti részében kis ötvözőatom-klaszterek, -csomók képződnek a mátrixban, és gyors növekedésnek indulnak a nagy mozgékonyság következtében. Hevertetés során a többletvakanciák koncentrációjával együtt a mozgékonyság is csökken, és így a kiválási folyamat lelassul.

Az egész folyamat kvantitatív leírásához az R_{eq} -t és Q -t (f_v -t) függvények kitevői közötti kapcsolatot érdemes megvizsgálni. Amennyiben a részecskék száma állandó, azaz nincsen további nukleáció a mátrixban, akkor az $R_{eq} \propto t^m$ és $f_v \propto t^n$ összefüggésekből a kitevők kapcsolatára $n = 3m$ adódik. Ebből pedig az következik, hogy ha nincsen újabb nukleáció, azaz rögzített számú részecske növekszik, a térfogati hányad (azaz az integrált intenzitás) lineárisan függ az ekvivalens sugár köbétől ($f_v \propto R_{eq}^3$). Ennek vizsgálatához mindkét ötvözet esetében az integrált intenzitást az ekvivalens sugár függvényében log-log skálán ábrázoltuk a 3.36 ábrán, amelyen feltüntetettünk egy 3-as meredekségű egyenest is. Az ekvivalens sugár kis értékeinél a két ábrázolt mennyiség közötti kapcsolat eltér a 3-as meredekségű egyenestől, de egy bizonyos ponttól kezdve az adatok elég pontosan követik ezt az egyenest. Ezen szakasz kezdetének megfelelő időpont egy másik karakterisztikus időt jelöl ki (τ_i), amely után az integrált intenzitás arányos az ekvivalens sugár köbével, jelezve, hogy onnantól kezdve a további nukleáció jelentéktelenné válik. Réz hozzáadásával a nukleációs szakasz hosszabbá válik, ami az Al-Zn-Mg és Al-Zn-Mg-Cu-Zr ötvözeteknél megállapított τ_i jelentősen különböző értékeiben tükröződik. Az előbbi ötvözetnél ez az érték 15 perc, míg a rézartalmú ötvözetnél 50 perc.

A τ_i előtti szakaszcól elmondható, hogy az edzés után közvetlenül az integrált intenzitás sokkal lassabban növekszik, mint az ekvivalens sugár, ami arra utal, hogy a kiválási folyamat nagyon korai szakaszában a magasabb ötvözőkoncentrációjú tartományok (klaszterek) száma csökken, a térbeli szerkezet folyamatosan változik, amíg el nem éri állandó állapotát. Érdemes megemlíteni, hogy expliciten egyenest illesztve a τ_i karakterisztikus időnél később mért adatokra, az illesztett egyenes meredeksége 3-nál egy kicsit kisebb, 2.6 ± 0.2



3.36. ábra. Az integrált intenzitás az ekvivalens sugár függvényében log-log skálán ábrázolva (a) Al-Zn-Mg és (b) Al-Zn-Mg-Cu-Zr esetén. A feltüntetett egyenes meredeksége 3. A belső ábra az integrált intenzitást az R_{eq} függvényében mutatja lineáris skálán, ahol a behúzott egyenes vonal igazolja az f_v és R_{eq}^3 közötti arányosságot, mivel átmegy az origón.

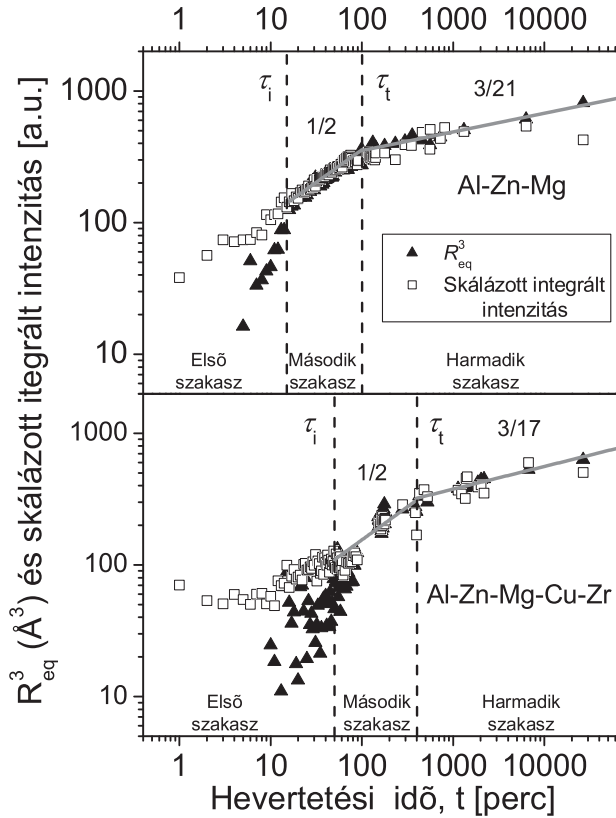
Al–Zn–Mg és 2.8 ± 0.2 Al–Zn–Mg–Cu–Zr esetén, jelezvén azt, hogy növekedő részecskék száma ebben a szakaszban egy kicsit csökken. A csökkenés mértéke azonban elhanyagolható a τ_i előtti időszak csökkenéséhez képest.

A köbös összefüggés érvényességét azzal ellenőriztük, hogy ábrázoltuk az f_v -t az R_{eq}^3 függvényében (azaz az integrált intenzitást a klaszterek átlagos térfogatának függvényében), és a két mennyiség között lineáris skálán lineáris összefüggést kaptunk a τ_i karakterisztikus idő utáni pontokra, ahogy azt a 3.36. ábra belső képei mutatják. A klaszterek átlagos térfogata és térfogati hányada közötti arányosság a térbeli szerkezet stabilizációja után, valamint – ezzel összhangban – a Guiner-ábrán (3.33. ábra) látható jól definiált egyenes vonal mind keskeny részecskeméret-eloszlásra utal.

Az integrált intenzitás és az ekvivalens sugár köbe közötti arányosságnak további következménye is van. Mivel az integrált intenzitás értékei önkényes egységekben vannak megadva, megszorozhatóak egy olyan értékkel, amelyet úgy választunk meg, hogy a $Q(t)$ és $R_{eq}^3(t)$ görbék egybeessenek τ_i után (3.37. ábra). Megjegyezzük, hogy a két ötvözetnél a szorzófaktor szinte ugyanaz volt. Másrészt mind az $R_{eq}(t)$ görbék τ_t karakterisztikus idő utáni szakasza (3.34. ábra), mind pedig a $Q(t)$ görbék τ_t karakterisztikus idő előtti szakasza (3.35. ábra) jól leírható hatványfüggvényekkel. Mivel ez a két görbe τ_i után arányos egymással, az átskálázott $Q(t)$ és $R_{eq}^3(t)$ görbék leírhatók két lineáris szakasszal log–log ábrázolás mellett: egy meredekebbel τ_i és τ_t között és egy laposabbal τ_t után.

A fenti megfontolásoknak megfelelő eredményeket a 3.37. ábra összegzi, amelyen az ekvivalens sugár köbét és az átskálázott integrált intenzitást ábrázoltuk a hevertetési idő függvényében mindkét ötvözet esetén. A karakterisztikus idők eszerint három részre osztják a kinetikát. Az első részben $R_{eq}^3(t)$ meredekebben növekszik, mint az integrált intenzitás jelezve a nukleációs helyek számának csökkenését. A τ_i karakterisztikus időt elérve a növekvő részecskék száma rögzül, és utána a $R_{eq}^3(t)$ és $Q(t)$ görbék átfednek. A második szakaszban tapasztalható nagyobb meredekség a rögzített számú részecskék gyors növekedését jelzi további nukleáció nélkül. Végül τ_t körül a görbék meredeksége lecsökken, ami a növekedési kinetikában bekövetkező változásra utal.

A kinetika három szakasza a következőképpen értelmezhető. Edzés után a befagyasztott többletvakancia-koncentráció – amely csak lassan csökken – az ötvözőatomok nagyobb mozgékonyágát eredményezi szobahőmérsékleten. A he-



3.37. ábra. Az R_{eq}^3 és az átskálázott integrált intenzitás a hevertetési idő függvényében Al-Zn-Mg és Al-Zn-Mg-Cu-Zr minták esetében. A τ_i és τ_t karakterisztikus idők és a hatványfüggvények kitevőit szintén feltüntettük az ábrán.

vertetés első perceit meghatározó alapvető folyamatok a néhány atomból álló kis klaszterek képződése, növekedése és visszaoldódása a mátrixba. A mátrixban a nagy mozgékonyság és a nagy túltelítettség következményeként nagy számú kis klaszter jelenik meg. Ezen klaszterek egy része stabilizálódik és tovább növekszik, mások visszaoldódnak vagy a termikus fluktuációk, vagy pedig a megmaradó nagyobb klaszterek körül kialakuló koncentráció- és feszültségtér hatására. A klaszterek növekedése koaleszcencia útján is végbemehet, ami szintén csökkenti a klaszterek számát. E szakasz végére viszonylag nagy, közel azonos méretű, véletlenszerűen eloszló klaszterek maradnak a mátrixban. Ez a szakasz τ_i -vel ér véget, mikor a vakanciakoncentráció egy kritikus érték alá esik, és az ötvözoatomok mozgékonyága jelentősen lecsökken. Emellett elképzelhető az is, hogy a kialakult klaszterek mérete ér el egy olyan kritikus értéket, mely kellő stabilitást biztosít a visszaoldó folyamatokkal szemben. Az ötvözők számában fellépő csökkenő túltelítettséggel a nukleáció hajtóereje is csökken. Így a térbeli szerkezet (a részecskék száma és a közöttük lévő átlagos távolság) változatlanává válik.

A második szakaszban rögzített számú részecske növekszik. A növekedést a termodinamikai hajtóerő, valamint az oldott atomokat a zónák felületére szállító diffúzió vezérli. E növekedési folyamat következtében ötvözőkben szegényebb tartományok alakulnak ki a növekvő részecskék körül. Az ötvözőszegény tartományok fogalma egy gyakran használt feltételezés elméleti munkákban [131]. Ez a tartomány a mátrix és a klaszterek felülete közötti közvetítő réteg szerepét játssza. Zener idealizált közelítése értelmében [131], ha egy elkülönített nukleuszt feltételezünk egy végtelen kiterjedésű túltelített szilárdoldatú mátrixban, akkor a nukleusz térfogata $t^{3/2}$ szerint nő. A szakirodalomban hasonló ötvözoteken elvégzett mérések ugyanakkor lassabb, inkább $1/3$ -os kitevőjű kinetikát mutatnak [16, 28]. A vizsgált mintákon végzett méréseinkből erre a kitevőre $1/2$ -et kaptunk. A kitevő elméleti és kísérleti értékei közötti eltérés oka abban keresendő, hogy a növekedési kinetikát határfelületi effektusok, a klaszterek körül kialakult belső feszültségek és a klaszterek rögzített összetételéből fakadó kémiai megszorítások befolyásolják. A növekedési folyamat mindaddig képes ezzel a kitevővel folytatódni, amíg az ötvözőszegény régiók térbelileg elkülönülnek egymástól. Mikor az ötvözőszegény tartományok összeérnek, a növekedési kinetika drámaian megváltozik. Ez a változás τ_t karakterisztikus időnél következik be.

3.3.3. A képlékeny alakításra vonatkozó és a mikroszerkezeti eredmények összevetése

Szinkrotron kisszögű röntgenszórással végzett méréseink betekintést nyújtanak a túltelített szilárdoldatok szétesési folyamatainak kezdeti kinetikájába. A kialakult klaszterek és GP-zónák jelentősen befolyásolják az anyag plasztikus viselkedését, ahogy azt a mélységérzékeny mikrokeménység-mérések mutatták. Tekintsük át, hogyan befolyásolja a kiválási kinetika az anyag képlékeny viselkedését.

A mikrokeménység-mérésekkel feltérképezett plasztikus tulajdonságokból az anyag mikroszerkezetére vonatkozóan csak azt a következtetést tudtuk levonni, hogy az instabilitási lépcsők rendszertelenné válása mögött a szétesés során képződő GP-zónák keletkezése és növekedése áll. A kialakult zónák befolyásolják a szilárdoldatban jelenlevő ötvözők számát és akadályozzák a diszlokációk szabad előrehaladását. Az instabilitási lépcsők teljes eltűnésének pontos okát pedig vagy a zónák térbeli sűrűségével, vagy a méretükkel indokoltuk.

A kisszögű röntgenszórással végzett mérések alapján a kiválási kinetikát három szakaszra osztottuk, a szakaszok határát egy-egy karakterisztikus idő, τ_i és τ_t jelölte ki. A minták képlékeny tulajdonságainak statisztikai vizsgálatai során ugyancsak két karakterisztikus időt rendelhattünk az önnemesedés folyamatához: a deformációoszillációk szabálytalanná válásának kezdetét és a plasztikus instabilitások végleges megszűnését jelző t_i és t_t időpontot. A réztartalmú mintánál τ_i és t_i nagyjából egybeesik, míg mind a két ötvözet esetében t_t értéke τ_i és τ_t értékek közé esik. A különböző mérési módszerekből megállapított karakterisztikus idők összefoglalását a 3.4. táblázat tartalmazza.

Az első szakasz gyors mikroszerkezeti folyamatai, a klaszterek kialakulása és számuknak rögzülése úgy tűnik, csak közvetett hatást gyakorol a képlékeny vi-

Benyomás			SAXS		
Anyag	t_i	t_t	Anyag	τ_i	τ_t
	(perc)			(perc)	
Al-Zn-Mg	—	40	Al-Zn-Mg	15	100
Al-Zn-Mg-Cu	40	~200	Al-Zn-Mg-Cu	50	400

3.4. táblázat. A képlékeny és mikroszerkezeti eredményekből meghatározott karakterisztikus idők a két vizsgált ötvözetben.

selkedésre. Al–Zn–Mg ötvözetnél az első szakasz mikrokeménység-méréssel történő megfigyelése nem volt lehetséges, mivel a mintaelőkészítés miatt az első mérés csak az edzés utáni 10–15. percben kezdődött, ami nagyjából egybeesik τ_i 15 perces értékével. A réztartalmú ötvözetek esetén a lépcsők megjelenésének rendszertelenné válása nagyjából egyidőben történik a mikroszerkezet térbeli stabilizációjával. A τ_i karakterisztikus idő és a rendszertelenné válás kezdetének egybeesése azonban valószínűleg nem a klaszterek számának rögzülésével kapcsolatos, hanem az húzódhat meg mögötte, hogy a GP-zónák ekkor érnek el egy olyan méretet, amely elég erős akadályt jelent a diszlokációk számára. Ez a méret egyébként mind a két ötvözetnél $R_{eq} \approx 5 \text{ \AA}$.

Mindkét ötvözet esetén a második kinetikai szakaszban történik a lépcsők végleges eltűnése. Ezt a szakaszt a rögzített számú GP-zóna gyors növekedése jellemzi további nukleáció nélkül. A térbeli szerkezet, a zónák helye tehát rögzítettnek tekinthető ebben a szakaszban. A kiűrtett tartományok összeérése úgy tűnik, nincs nagy hatással a diszlokációk mozgására, hiszen ellenkező esetben a lépcsők megszűnése egybeesne τ_i karakterisztikus idővel. A kiűrtett tartományokban egyébként továbbra is szilárdoldat állapotban vannak jelen az ötvözőatomok, amelyek kölcsönhatásba léphetnek a diszlokációkkal. Számuk természetesen kisebb ezekben a régiókban, ami befolyással lehet a mikrokeménység-növekmények maximális nagyságára. De erre a szakaszra mégis sokkal inkább a lépcsők rendszertelen megjelenése, időszakos felbukkanása, eltűnése a jellemző. Ez a viselkedés viszont a zónák növekvő méretével lehet kapcsolatos, hiszen minél nagyobbak a zónák, annál kisebb a lépcsőképpeződés valószínűsége. Ezt a feltételezést erősíti, hogy mindkét ötvözetben a lépcsők eltűnésének t_i karakterisztikus idejekor a zónák ekvivalens sugara nagyjából 6 \AA körül van. Ez lehet tehát az a méret, amely olyan erős akadályt állít a diszlokációk útjába, hogy elnyomja a diszlokációk és oldott atomok dinamikus kölcsönhatását. Ugyancsak a méret szerepét igazolja a mikroszerkezeti kinetika feltérképezésének egyik érdekes következménye, mely szerint nincs újabb nukleáció a második szakaszban a lépcsők eltűnésekor. Ennek alapján az következtethető, hogy az instabilitási lépcsők eltűnéséért kizárólag a GP-zónák mérete (és valószínűsíthetően az összetétele) a felelős, a térbeli elrendeződés vagy ennek változása nincsen befolyással rá.

A dinamikus mikrokeményység-méréseknél meghatározott t_t karakterisztikus idő mintegy háromszor hosszabb a réztartalmú ötvözet esetén, mint a háromal-kotósnál jelezvén, hogy a rézadalek lelassítja a GP-zónák kialakulását és fejlődését a kiválási folyamat kezdeti szakaszában. Ezt az eredményt kiválóan igazolták a kisszögű röntgenszórásos mérések, amelyek során ugyancsak három-négyszeres különbség volt tapasztalható mindkét (τ_i és τ_t) karakterisztikus idő esetében a réz dekompozíciós kinetikát lassító voltát mutatva [18, 29]. Ennek oka abban keresendő, hogy ötvözők hozzáadása befolyásolhatja a vakanciák koncentrációját és kiteperálódási folyamatát az ötvözőatomok és vakanciák közötti kötéseken keresztül [132]. Az Al-Zn-Mg-Cu-Zr ötvözetben a réz Cu-V párokat vagy Cu-Mg-V komplexeket alakíthat, ami csökkentheti a vakanciák és az ötvöző-vakancia párok mozgékonyágát, valamint szintén csökkenti a nukleáció és visszaoldódás valószínűségét. Nagy mozgékonyágukkal a Mg-V párok elősegítik a korai nukleációt és a klaszterek viszonylag gyors növekedését. A Mg-V párokkal szemben a Cu-V párok mozgékonyága sokkal kisebb, késleltetett képződést és a klaszterek lassabb fejlődését eredményezve [18, 21–24].

3.3.4. Összefoglalás

Túlteltett szilárdoldatok szétesési folyamatait és azoknak a képlékeny deformációra gyakorolt hatását vizsgáltuk Al-Zn-Mg és Al-Zn-Mg-Cu(-Zr) ötvözetekben dinamikus mikrokeményység-mérésekkel és kisszögű röntgenszórással. Főbb eredményeink a következők:

1. A dinamikus mikrokeményység-mérések erő-benyomódás görbéin szabályosan ismétlődő instabilitási lépcsők jelennek meg, amelyek a hevertetési idő előrehaladtával előbb rendszertelenné válnak, míg végül egy karakterisztikus idő után eltűnnek. A plasztikus instabilitási lépcsők statisztikai módon jellemezhetők a ΔHV mikrokeményység-növekmények átlagával és szórásával, valamint a nyomófejnek a globális viselkedés körüli sebességével.
2. Az ötvözetek képlékeny viselkedését az ötvözőkoncentráción kívül a GP-zónák kialakulása is befolyásolja.
3. A kiválási kinetikában három különböző tartomány figyelhető meg mindkét ötvözet esetében. Az első szakasz a nukleáció időszaka, amely során

a klaszterek száma csökken. A második szakaszban rögzített számú GP-zóna gyors növekedése figyelhető meg. A növekvő GP-zónák körül egyre nagyobb ötvözőszegény tartományok alakulnak ki, amelyek átfedésekor a növekedés mértéke visszaesik, és a harmadik szakasz kezdődik sokkal lassabb növekedési ütemmel. A három szakaszt egymástól két karakterisztikus idő, τ_i és τ_t választja el, melyeket jelentősen megnövel a Cu adalék. A háromalkotós ötvözetnél $\tau_i = 15$ perc, $\tau_t = 100$ perc, míg a réztartalmú ötvözetben ezek az értékek 50, illetve 400 percre nőttek.

4. A réz hozzáadása lelassítja a szétesési kinetikát szobahőmérsékleten.
5. A GP-zónák R_{eq} ekvivalens sugarából számolt térfogata, valamint az integrált intenzitásból kapott térfogati hányaduk a hevitetési idő $1/2$ -es kitevőjű hatványával ($t^{1/2}$ -del) növekszik a második szakaszban. A növekedés lelassul a harmadik szakaszban τ_t után $t^{3/17}$ -re a ternér és $t^{3/21}$ -re a réztartalmú ötvözetekben. A második szakaszban rögzített számú GP-zóna állandó összetétellel és keskeny méreteloszlással növekszik.
6. A növekedési kinetika érzéketlen az oldó hőkezelés időtartamára és hőmérsékletére az általunk vizsgált paraméterek esetében.
7. A dinamikus mikrokéménység-mérések során tapasztalható instabilitási lépcsők eltűnését a GP-zónák mérete és összetétele határozza meg. A kritikus méretre, melynél nagyobb méretű GP-zónák esetén nem lépnek fel plasztikus instabilitások, 6 \AA adódott.

Összefoglalás

Szilárdoldatú és túltelített alumíniumötvözetekben vizsgáltam az ötvözőatomoknak a képlékeny alakváltozás mechanizmusára gyakorolt hatását. A vizsgált ötvözetekben és az alkalmazott mérési tartományokban minden esetben alakítási instabilitások tapasztalhatóak. Dolgozatomban egyrészt a szilárdoldatokban fellépő alakítási instabilitások jellemző paramétereit állapítottam meg, valamint meghatároztam és elméleti modellel értelmeztem ezen paraméterek ötvözőkoncentráció-függését. Az alakítási instabilitások paramétereit alapján következtetéseket vontam le ötvözőatomoknak a mikroszerkezetre gyakorolt hatására képlékeny alakváltozás során. Túltelített ötvözetekben az oldó hőkezelést követő edzés után az anyagban fellépő kiválási folyamatok a képlékeny alakváltozásra gyakorolt hatását, illetve e folyamatok kinetikáját vizsgáltam. Főbb eredményeim az alábbiakban foglalhatóak össze:

1. Meghatároztam a stabil szilárdoldatokban fellépő Portevin–Le Châtelier típusú alakítási instabilitások vizsgálata alapján a jelenség leírásához szükséges, különböző mérési módszerekre jellemző makroszkopikus paramétereket, amelyek irodalmi modellek alapján mikroszkopikus folyamatok jellemzőihez társíthatók. Megállapítottam, hogy a lokális viselkedésként jelentkező instabilitási effektus jellemző paramétereit – az egytengelyű alakváltozásra jellemző $\Delta\sigma$ feszültség-növekmény és a dinamikus benyomódásra jellemző ΔHV mikrokeményiség-növekmény – között is egyenes arányosság írható fel, az anyag globális szilárdságát kifejező folyásfeszültség és mikrokeményiség közötti Tabor-féle kapcsolathoz hasonlóan.
2. Kimutattam, hogy az Al–Mg ötvözetekben fellépő alakítási instabilitások jellemző paramétereit erősen függnek a magnéziumkoncentrációtól. Azt találtam, hogy mind az anyag globális szilárdsága, mind a lokális felkeményedések

nagysága a magnéziumtartalom hatványfüggvényével változik. Továbbá, az alakítási instabilitások csak egy C_{kr} kritikus koncentrációérték fölött jelennek meg. A kísérleti adatok koncentrációfüggésének értelmezéséhez az instabilitási jelenség leírására jelenleg széles körben használt elméleti modell módosítását javasoltam, miszerint a dinamikus alakváltozási öregedés hatását leíró tag a diszlokáció mentén kialakuló helyi ötvözőkoncentrációtól gyökösen függ.

3. Megállapítottam az Al-Mg ötvözetek képlékeny alakváltozásával kapcsolatos szilárdságnövelés globális és az instabilitási jelenség közben fellépő lokális folyamatának mechanizmusát. Azt találtam, hogy míg az anyag globális szilárdságát főleg a diszlokációk és a körülöttük kialakuló ötvözőfelhő kölcsönhatása határozza meg, az instabilitásért felelős dinamikus alakváltozási öregedés a diszlokációk és csak a hozzájuk legközelebb lévő ötvözők vonalmenti diffúzió által vezérelt kölcsönhatásából fakad.
4. Megmutattam, hogy Al-Mg ötvözetek állandó feszültségsebességű egytengetű összenyomásainál fellépő alakítási instabilitások jellemző paraméteréből, a lokális feszültségnövekményekből, valamint a globális feszültség-deformációs görbéből meghatározható a képlékeny deformáció folyamatára jellemző diszlokáció-sűrűségek fejlődése. Megállapítottam, hogy a magnéziumtartalom növelése szilárdoldatos Al-Mg ötvözetekben egyrészt erősen fokozza a mozgó diszlokációk sokszorozódását, másrészt csökkenti a diszlokációk annihilációját. Ez a magnézium hozzáadásával együtt járó erős szilárdságnövelő hatáshoz vezet.
5. Azt találtam, hogy túltelített szilárdoldatú Al-Zn-Mg és Al-Zn-Mg-Cu ötvözetekben fellépő benyomódási instabilitásokat az oldott ötvözőatomokon kívül a Guinier-Preston- (GP-) zónák képződése is nagymértékben befolyásolja. Megállapítottam, hogy ezen ötvözetek képlékeny viselkedése statisztikai módon jellemezhető a mikrokeménység-növekmények átlagával és szórásával, valamint a nyomófejnek a globális viselkedés körüli sebességével. Az elemzések alapján kvantitatív módon is nyomon követhető az ötvözetekben lezajló szétesési folyamatok korai szakasza.
6. Megmutattam, hogy Al-Zn-Mg és Al-Zn-Mg-Cu(-Zr) ötvözetek túltelített szilárdoldatának szétesésekor a kiválási kinetikában három különböző tar-

tománnyal írható le. Az első szakasz a nukleáció időszaka, amely során a klaszterek száma csökken. A második szakaszban rögzített számú GP-zóna gyors növekedése megy végbe. A növekvő GP-zónák körül egyre nagyobb ötvözőszegény tartományok alakulnak ki, amelyek átfedésekor a növekedés mértéke visszaesik, és a harmadik szakasz kezdődik sokkal lassabb növekedési ütemmel. A három szakaszt egymástól két karakterisztikus idő választja el, melyeket jelentősen megnövel a rézadalék. Ez alapján kimutattam azt is, hogy a réz hozzáadása lelassítja a szétesési kinetikát szobahőmérsékleten.

A szerző témához kapcsolódó publikációi

- [S1] Nguyen Q. Chinh, Győző Horváth, Zsolt Kovács, János Lendvai. Characterization of plastic instability steps occurring in depth-sensing indentation tests. *Mater. Sci. Eng. A*, 324(1–2):219–224, 2002.
- [S2] Nguyen Q. Chinh, Győző Horváth, Zenji Horita, Terence G. Langdon. A new constitutive relationship for the homogeneous deformation of metals over a wide range of strain. *Acta Mater.*, 52(12):3555–3563, 2004.
- [S3] Győző Horváth, Nguyen Q. Chinh, J. Lendvai. Solute concentration dependence of strength and plastic instabilities in Al–Mg alloys. *J. Mater. Res.*, 20(2):331–337, 2005.
- [S4] Nguyen Q. Chinh, Győző Horváth, Zsolt Kovács, András Juhász, György Bérces, János Lendvai. Kinematic and dynamic characterization of plastic instabilities occurring in nano- and microindentation tests. *Mater. Sci. Eng. A*, 409(1–2):100–107, 2005.
- [S5] Péter Kenesei, Győző Horváth, Sigrid Bernstorff, Tamás Ungár, János Lendvai. Early stages of nucleation and growth of Guinier-Preston zones in Al–Zn–Mg and Al–Zn–Mg–Cu alloys. *Z. Metallk.*, 97(3):315–320, 2006.
- [S6] Győző Horváth, Nguyen Q. Chinh, Jenő Gubicza, János Lendvai. Plastic instabilities and dislocation densities during plastic deformation in Al–Mg alloys. *Mater. Sci. Eng. A*, 445:186–192, 2007.

Irodalomjegyzék

- [1] T. Ungár and Gy. Honyek. Szilárdoldatos keményedés. *Magyar Fizikai Folyóirat*, 29:299, 1981.
- [2] J. Lendvai. Kiválásos keményedés. *Magyar Fizikai Folyóirat*, 29:329, 1981.
- [3] J. Lendvai. Alakváltozás többfázisú rendszerekben. *Magyar Fizikai Folyóirat*, 33:393, 1985.
- [4] R. L. Fleischer. Substitutional solution hardening. *Acta. Met.*, 11:203, 1963.
- [5] J. Friedel. *Dislocations*. Pergamon Press, New York, 1964.
- [6] N. F. Mott and F. R. N. Nabarro. Dislocation theory and transient creep. In *Reports on Strength of Solids*, page 1. The Physical Society, London, 1948.
- [7] R. Labusch. Statistical theories of solid solution hardening. *Acta. Met.*, 20:917, 1972.
- [8] F. R. N. Nabarro. Theory of solution hardening. *Phil. Mag.*, 35(3):613–622, 1977.
- [9] T. Ungár. Metastabil fázisok keletkezése, stabilitása és hatása a fizikai tulajdonságokra Al–Zn–Mg ötvözetekben. *Magyar Fizikai Folyóirat*, 30(1):2–101, 1982.
- [10] J. Lendvai. Precipitation and strengthening in aluminium alloys. *Mater. Sci. Forum.*, 217:43–56, 1996.

- [11] L. F. Mondolfo. Structure of the aluminum–magnesium–zinc alloys. *Mettall. Rev.*, 16:95–124, 1971.
- [12] A. Juhász, P. Tasnádi, I. Kovács, and T. Ungár. Mechanical-properties of Al–Zn–Mg alloys investigated by microhardness measurements. *J. Mater. Sci.*, 16(2):367–372, 1981.
- [13] A. Juhász, I. Kovács, J. Lendvai, and P. Tasnádi. Initial clustering after quenching in AlZnMg alloys. *J. Mater. Sci.*, 20(2):624–629, 1985.
- [14] H. Löffler, I. Kovács, and J. Lendvai. Decomposition processes in Al–Zn–Mg alloys. *J. Mater. Sci.*, 18(8):2215–2240, 1983.
- [15] N. Q. Chinh, J. Lendvai, D. H. Ping, and K. Hono. The effect of Cu on mechanical and precipitation properties of Al–Zn–Mg alloys. *J. Alloy. Compd.*, 378(1-2):52–60, SEP 22 2004.
- [16] G. Sha and A. Cerezo. Kinetic Monte Carlo simulation of clustering in an Al–Zn–Mg–Cu alloy (7050). *Acta Mater.*, 53(4):907–917, FEB 2005.
- [17] L. K. Berg, J. Gjonnes, V. Hansen, X. Z. Li, M. Knutson-Wedel, G. Waterloo, D. Schryvers, and L. R. Wallenberg. GP-zones in Al–Zn–Mg alloys and their role in artificial aging. *Acta Mater.*, 49(17):3443–3451, OCT 9 2001.
- [18] G. Waterloo, V. Hansen, J. Gjonnes, and S. R. Skjervold. Effect of pre-deformation and preaging at room temperature in Al–Zn–Mg–(Cu,Zr) alloys. *Mater. Sci. Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.*, 303(1-2):226–233, MAY 15 2001.
- [19] J. C. Werenskiold, A. Deschamps, and Y. Bréchet. Characterization and modeling of precipitation kinetics in an Al–Zn–Mg alloy. *Mater. Sci. Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.*, 293(1-2):267–274, NOV 30 2000.
- [20] X. J. Jiang, B. Noble, V. Hansen, and J. Taftø. Influence of zirconium and copper on the early stages of aging in Al–Zn–Mg alloys. *Mettall. Mater. Trans. A-Phys. Metall. Mater. Sci.*, 32(5):1063–1073, MAY 2001.

- [21] R. Ferragut, A. Somoza, and I. Torriani. Pre-precipitation study in the 7012 Al–Zn–Mg–Cu alloy by electrical resistivity. *Mater. Sci. Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.*, 334(1-2):1–5, SEP 1 2002.
- [22] S. Hirosawa, T. Sato, and A. Kamio. Effects of Mg addition on the kinetics of low-temperature precipitation in Al–Li–Cu–Ag–Zr alloys. *Mater. Sci. Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.*, 242(1-2):195–201, FEB 1998.
- [23] A. Somoza and A. Dupasquier. Positron studies of solute aggregation in age-hardenable aluminum alloys. *J. Mater. Process. Technol.*, 135(1):83–90, APR 1 2003.
- [24] Y. Nagai, M. Murayama, Z. Tang, T. Nonaka, K. Hono, and M. Hasegawa. Role of vacancy-solute complex in the initial rapid age hardening in an Al–Cu–Mg alloy. *Acta Mater.*, 49(5):913–920, MAR 14 2001.
- [25] A. Zahra, C. Y. Zahra, M. Laffitte, W. Lacom, and H. P. Degischer. Decomposition processes in an Al 5percent Zn 1percent Mg alloy. 1. calorimetric investigations. *Z. Metallk.*, 70(3):172–179, 1979.
- [26] H. Bossac, H. G. Fabian, and H. Löffler. Quantitative interpretation of decomposition kinetics of some Al–Zn–Mg alloys. *Phys. Status Solidi A-Appl. Res.*, 48(2):369–375, 1978.
- [27] E. Kovács-Csetényi, G. Groma, J. Lendvai, T. Ungár, and I. Kovács. Kinetics of GP zone formation in Al–Zn–Mg alloys. *Aluminium*, pages 472–474, 1981.
- [28] C. E. Lyman and J. B. Vandersande. Transmission electron-microscopy investigation of early stages of precipitation in an Al–Zn–Mg alloy. *Met. Trans. A-Phys. Met. Mater. Sc.*, 7(8):1211–1216, 1976.
- [29] A. Deschamps, Y. Bréchet, and F. Livet. Influence of copper addition on precipitation kinetics and hardening in Al–Zn–Mg alloy. *Mater. Sci. Technol.*, 15(9):993–1000, SEP 1999.

- [30] J. Gubicza, N. Q. Chinh, Z. Horita, and T. G. Langdon. Effect of Mg addition on microstructure and mechanical properties of aluminum. *Material. Sci. Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.*, 387-89:55–59, DEC 15 2004.
- [31] Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, and T. G. Langdon. The process of grain refinement in equal-channel angular pressing. *Acta Mater.*, 46(9):3317–3331, MAY 22 1998.
- [32] S. D. Terhune, D. L. Swisher, K. Oh-ishi, Z. Horita, T. G. Langdon, and T. R. Mcnелley. An investigation of microstructure and grain-boundary evolution during ECA pressing of pure aluminum. *Metall. Mater. Trans. A-Phys. Metall. Mater. Sci.*, 33(7):2173–2184, JUL 2002.
- [33] S. L. Semiatin, P. B. Berbon, and T. G. Langdon. Deformation heating and its effect on grain size evolution during equal channel angular extrusion. *Scr. Mater.*, 44(1):135–140, JAN 19 2001.
- [34] Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, and T. G. Langdon. Factors influencing the equilibrium grain size in equal-channel angular pressing: role of Mg additions to aluminum. *Metall. Mater. Trans. A-Phys. Metall. Mater. Sci.*, 29(10):2503–2510, OCT 1998.
- [35] S. S. Woo, Y. R. Kim, D. H. Shin, and W. J. Kim. Effects of Mg concentration on the quasi-superplasticity of coarse-grained Al–Mg alloys. *Scr. Mater.*, 37(9):1351–1358, NOV 1 1997.
- [36] E. Nes. Modelling of work hardening and stress saturation in fcc metals. *Prog. Mater. Sci.*, 41(3):129–193, 1997.
- [37] U. F. Kocks and H. Mecking. Physics and phenomenology of strain hardening: the fcc case. *Prog. Mater. Sci.*, 48(3):171–273, 2003.
- [38] P. Lukáč and K. Máthis. Application of a model for the work hardening behaviour to an AM20 alloy. *Kov. Mater.-Met. Mater.*, 40(5):281–289, 2002.

- [39] K. Máthis, Z. Trojanova, and P. Lukáč. Hardening and softening in deformed magnesium alloys. *Mater. Sci. Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.*, 324(1-2):141–144, FEB 15 2002.
- [40] K. Máthis, Z. Trojanova, P. Lukáč, C. H. Caceres, and J. Lendvai. Modeling of hardening and softening processes in Mg alloys. *J. Alloy. Compd.*, 378(1-2):176–179, SEP 22 2004.
- [41] L. P. Kubin and Y. Estrin. Evolution of dislocation densities and the critical conditions for the Portevin-LeChatelier effect. *Acta Metall. Mater.*, 38(5):697–708, MAY 1990.
- [42] K. Marthinsen and E. Nes. A general model for metal plasticity. *Mater. Sci. Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.*, 234:1095–1098, AUG 30 1997.
- [43] H. Mughrabi. Dislocation wall and cell structures and long-range internal-stresses in deformed metal crystals. *Acta. Met.*, 31(9):1367–1379, 1983.
- [44] I. Groma and F. Székely. Evolution of the dislocation microstructure: a model based on X-ray line profile measurements. *Scr. Mater.*, 54(5):753–757, MAR 2006.
- [45] Y. J. M. Bréchet. Plastic instabilities in materials science and in physics. *Key. Eng. Mat.*, 103:21–50, 1995.
- [46] M. Zaiser and P. Hähner. Oscillatory modes of plastic deformation: theoretical concepts. *Phys. Status Solidi B-Basic Res.*, 199(2):267–330, FEB 1997.
- [47] J. M. Carlson and J. S. Langer. Mechanical model of an earthquake fault. *Phys. Rev. A*, 40(11):6470–6484, DEC 1 1989.
- [48] J. M. Carlson and J. S. Langer. Properties of earthquakes generated by fault dynamics. *Phys. Rev. Lett.*, 62(22):2632–2635, MAY 29 1989.
- [49] J. M. Carlson, J. S. Langer, B. E. Shaw, and C. Tang. Intrinsic-properties of a Burridge-Knopoff model of an earthquake fault. *Phys. Rev. A*, 44(2):884–897, JUL 15 1991.

- [50] I. Kovács. *Szilárdtestek mechanikai tulajdonságai 2*. ELTE, 2003.
- [51] Zs. Kovács. *Portevin–Le Chatelier plastic instabilities*. PhD thesis, Eötvös Loránd Tudományegyetem, Természettudományi Kar, 2002.
- [52] M. Lebyodkin, Y. Bréchet, Y. Estrin, and L. Kubin. Statistical behaviour and strain localization patterns in the Portevin-Le Chatelier effect. *Acta Mater.*, 44(11):4531–4541, NOV 1996.
- [53] A. Nortmann and C. Schwink. Characteristics of dynamic strain ageing in binary fcc copper alloys. 1. Results on solid solutions of CuAl. *Acta Mater.*, 45(5):2043–2050, MAY 1997.
- [54] A. Nortmann and C. Schwink. Characteristics of dynamic strain ageing in binary fcc copper alloys. 2. Comparison and analysis of experiments on CuAl and CuMn. *Acta Mater.*, 45(5):2051–2058, MAY 1997.
- [55] C. Schwink and A. Nortmann. The present experimental knowledge of dynamic strain ageing in binary f.c.c. solid solutions. *Mater. Sci. Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.*, 234:1–7, AUG 30 1997.
- [56] P. Hähner, A. Ziegenbein, E. Rizzi, and H. Neuhäuser. Spatiotemporal analysis of Portevin-Le Chatelier deformation bands: theory, simulation, and experiment. *Phys. Rev. B*, 65(13):–, APR 1 2002.
- [57] A. Ziegenbein, P. Hähner, and H. Neuhäuser. Correlation of temporal instabilities and spatial localization during Portevin-LeChatelier deformation of Cu-10 at.% Al and Cu-15 at.% Al. *Comput. Mater. Sci.*, 19(1-4):27–34, DEC 2000.
- [58] A. Ziegenbein, P. Hähner, and H. Neuhäuser. Propagating portevin-lechatelier deformation bands in Cu-15 at.% Al polycrystals: experiments and theoretical description. *Mater. Sci. Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.*, 309:336–339, JUL 15 2001.
- [59] L. P. Kubin, C. Fressengeas, and G. Ananthakrishna. *Collective behaviour of dislocation in plasticity*, volume 11 of *Dislocations in Solids*, chapter 57. Elsevier, 2002.

- [60] M. A. Lebyodkin, Y. Bréchet, Y. Estrin, and L. P. Kubin. Statistics of the catastrophic slip events in the Portevin-Le Chatelier effect. *Phys. Rev. Lett.*, 74(23):4758–4761, JUN 5 1995.
- [61] M. Lebyodkin, L. Duninbarkovskii, Y. Bréchet, L. Kubin, and Y. Estrin. Kinetics and statistics of jerky flow: experiments and computer simulations. *Mater. Sci. Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.*, 234:115–118, AUG 30 1997.
- [62] M. Lebyodkin, L. Dunin-barkowskii, Y. Bréchet, Y. Estrin, and L. P. Kubin. Spatio-temporal dynamics of the Portevin-Le Chatelier effect: experiment and modelling. *Acta Mater.*, 48(10):2529–2541, JUN 14 2000.
- [63] Z. Kovács, J. Lendvai, and G. Vörös. Localized deformation bands in Portevin-LeChatelier plastic instabilities at a constant stress rate. *Mater. Sci. Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.*, 279(1-2):179–184, FEB 29 2000.
- [64] Z. Kovács, N. Q. Chinh, J. Lendvai, and G. Vörös. Portevin-Le Chatelier type plastic instabilities in depth sensing macro-indentation. *Mater. Sci. Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.*, 325(1-2):255–260, FEB 28 2002.
- [65] E. Rizzi and P. Hähner. On the Portevin-Le Chatelier effect: theoretical modeling and numerical results. *Int. J. Plast.*, 20(1):121–165, 2004.
- [66] F. Klose. *Experimental and numerical studies on the Portevin-Le Chatelier effect in Cu-Al and Al-Mg in strain and stress controlled tensile tests*. PhD thesis, Der Gemeinsamen Naturwissenschaftlichen Fakultät der Technischen Universität Carolo-Wilhelmina zu Braunschweig, 2004.
- [67] H. Neuhäuser, F. B. Klose, F. Hagemann, J. Weidenmüller, H. Dierke, and P. Hähner. On the PLC effect in strain-rate and stress-rate controlled tests-studies by laser scanning extensometry. *J. Alloy. Compd.*, 378(1-2):13–18, SEP 22 2004.

- [68] F. B. Klose, A. Ziegenbein, J. Weldenmuller, H. Neuhäuser, and P. Hähner. Portevin-LeChatelier effect in strain and stress controlled tensile tests. *Comput. Mater. Sci.*, 26:80–86, JAN 2003.
- [69] F. B. Klose, A. Ziegenbein, F. Hagemann, H. Neuhäuser, P. Hähner, M. Abbadi, and A. Zeghloul. Analysis of Portevin-Le Chatelier serrations of type bin Al–Mg. *Mater. Sci. Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.*, 369(1-2):76–81, MAR 25 2004.
- [70] F. B. Klose, J. Weidenmüller, A. Ziegenbein, P. Hähner, and H. Neuhäuser. Plastic instabilities with propagating deformation bands in Cu–Al alloys. *Philos. Mag.*, 84(3-5):467–480, JAN-FEB 2004.
- [71] P. G. McCormick and C. P. Ling. Numerical modeling of the Portevin-Le Chatelier effect. *Acta Metall. Mater.*, 43(5):1969–1977, MAY 1995.
- [72] M. Abbadi, P. Hähner, and A. Zeghloul. On the characteristics of Portevin-Le Chatelier bands in aluminum alloy 5182 under stress-controlled and strain-controlled tensile testing. *Mater. Sci. Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.*, 337(1-2):194–201, NOV 25 2002.
- [73] F. B. Klose, F. Hagemann, P. Hähner, and H. Neuhäuser. Investigation of the Portevin-LeChatelier effect in al-3wt.%Mg alloys by strain-rate and stress-rate controlled tensile tests. *Mater. Sci. Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.*, 387-89:93–97, DEC 15 2004.
- [74] E. C. Aifantis. On the role of gradients in the localization of deformation and fracture. *Int. J. Eng. Sci.*, 30(10):1279–1299, OCT 1992.
- [75] H. M. Zbib and E. C. Aifantis. On the localization and postlocalization behavior of plastic-deformation. 1. on the initiation of shear bands. *Res. Mech.*, 23(2-3):261–277, 1988.
- [76] S. Zhang, P. G. McCormick, and Y. Estrin. The morphology of Portevin-Le Chatelier bands: finite element simulation for Al–Mg–Si. *Acta Mater.*, 49(6):1087–1094, APR 2 2001.

- [77] S. Kok, M. S. Bharathi, A. J. Beaudoin, C. Fressengeas, G. Ananthakrishna, L. P. Kubin, and M. Lebyodkin. Spatial coupling in jerky flow using polycrystal plasticity. *Acta Mater.*, 51(13):3651–3662, AUG 1 2003.
- [78] S. Kok, A. J. Beaudoin, D. A. Tortorelli, M. Lebyodkin, L. Kubin, and C. Fressengeas. Simulation of the Portevin-Le Chatelier effect using polycrystal plasticity. *J. Phys. IV*, 105:191–197, MAR 2003.
- [79] S. Y. Yang and W. Tong. Interaction between dislocations and alloying elements and its implication on crystal plasticity of aluminum alloys. *Master. Sci. Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.*, 309:300–303, JUL 15 2001.
- [80] P. Penning. Mathematics of the Portevin-Le Chatelier effect. *Acta. Met.*, 20:1169–1175, OCT 1972.
- [81] L. P. Kubin and Y. Estrin. The Portevin-LeChatelier effect in deformation with constant stress rate. *Acta. Met.*, 33(3):397–407, 1985.
- [82] Gy. Bérces. A Portevin-Le Chatelier effektus. *Magyar Fizikai Folyóirat*, 33:481–508, 1985.
- [83] A. H. Cottrell and B. A. Bilby. Dislocation theory of yielding and strain ageing of iron. *Proc. Phys. Soc. A*, 62(1):49–62, 1949.
- [84] N. Louat. On the theory of the Portevin-Le Chatelier effect. *Scr. Metall.*, 15(11):1167–1170, 1981.
- [85] F. Springer and C. Schwink. Quantitative investigations on dynamic strain aging in polycrystalline CuMn alloys. *Scr. Metall. Materialia*, 25(12):2739–2744, DEC 1991.
- [86] C. P. Ling and P. G. McCormick. The effect of temperature on strain-rate sensitivity in an Al-Mg-Si alloy. *Acta Metall. Mater.*, 41(11):3127–3131, NOV 1993.
- [87] T. Tabata, H. Fujita, and Y. Nakajima. Behavior of dislocations in Al-Mg single-crystals observed by high-voltage electron-microscopy. *Acta. Met.*, 28(6):795–805, 1980.

- [88] A. Vandenbeukel and U. F. Kocks. The strain dependence of static and dynamic strain-aging. *Acta. Met.*, 30(5):1027–1034, 1982.
- [89] F. Springer and C. Schwink. On a method to determine directly the waiting time of arrested dislocations and the elementary strain in dynamic strain-aging. *Scr. Metall. Materialia*, 32(11):1771–1776, JUN 1 1995.
- [90] C. P. Ling and P. G. McCormick. Strain rate sensitivity and transient-behavior in an Al–Mg–Si alloy. *Acta Metall. Mater.*, 38(12):2631–2635, DEC 1990.
- [91] J. Balík. The onset of Portevin-LeChatelier instabilities in tensile testing. *Mater. Sci. Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.*, 316(1-2):102–108, OCT 15 2001.
- [92] L. P. Kubin, K. Chihab, and Y. Estrin. The rate dependence of the Portevin-LeChatelier effect. *Acta. Met.*, 36(10):2707–2718, OCT 1988.
- [93] P. G. McCormick. Theory of flow localization due to dynamic strain aging. *Acta. Met.*, 36(12):3061–3067, DEC 1988.
- [94] P. Hähner. On the critical conditions of the Portevin-Le Chatelier effect. *Acta Mater.*, 45(9):3695–3707, SEP 1997.
- [95] P. Hähner. On the physics of the Portevin-LeChatelier effect. 1. the statistics of dynamic strain ageing. *Mater. Sci. Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.*, 207(2):208–215, MAR 30 1996.
- [96] P. Hähner. On the physics of the Portevin-LeChatelier effect. 2. from microscopic to macroscopic behaviour. *Mater. Sci. Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.*, 207(2):216–223, MAR 30 1996.
- [97] A. Vandenbeukel. Theory of effect of dynamic strain aging on mechanical-properties. *Phys. Status Solidi A-Appl. Res.*, 30(1):197–206, 1975.
- [98] P. G. McCormick. A model for the Portevin-Le Chatelier effect in substitutional alloys. *Acta. Met.*, 20:351, 1972.
- [99] B. Russel. Repeated yielding in tin bronze alloys. *Phil. Mag.*, 8:615, 1963.

- [100] A. Wijler, M. M. A. Vrijhoef, and A. van den Beukel. Onset of serrated yielding in Au(Cu) alloys. *Acta. Met.*, 22:13, 1974.
- [101] N. Q. Chinh, F. Csikor, Z. Kovács, and J. Lendvai. Critical concentration of Mg addition for plastic instabilities in Al–Mg alloys. *J. Mater. Res.*, 15(5):1037–1040, MAY 2000.
- [102] P. G. McCormick. The Portevin-LeChatelier effect in an Al–Mg–Si alloy loaded in torsion. *Acta. Met.*, 30(12):2079–2083, 1982.
- [103] G. Bérces, N. Q. Chinh, A. Juhász, and J. Lendvai. Kinematic analysis of plastic instabilities occurring in microhardness tests. *Acta Mater.*, 46(6):2029–2037, MAR 23 1998.
- [104] G. Bérces, N. Q. Chinh, A. Juhász, and J. Lendvai. Occurrence of plastic instabilities in dynamic microhardness testing. *J. Mater. Res.*, 13(6):1411–1413, JUN 1998.
- [105] G. Bérces, J. Lendvai, A. Juhász, and N. Q. Chinh. Dynamic characterization of Portevin-Le Chatelier instabilities occurring in depth-sensing microhardness tests. *J. Mater. Res.*, 18(12):2874–2881, DEC 2003.
- [106] N. Q. Chinh, J. Gubicza, Z. Kovács, and J. Lendvai. Depth-sensing indentation tests in studying plastic instabilities. *J. Mater. Res.*, 19(1):31–45, JAN 2004.
- [107] Gy. Horváth. Al–Mg és Al–Zn–Mg–Cu ötvözetek plasztikus tulajdonságai. Master’s thesis, Eötvös Loránd Tudományegyetem, Természettudományi Kar, 2000.
- [108] I. Kovács. A képlékeny alakítás vizsgálati módszerei: Az egytengelyű nyújtás. *Magyar Fizikai Folyóirat*, 28:3, 1980.
- [109] A. Juhász. A képlékeny alakítás vizsgálati módszerei: A keménységmérés. *Magyar Fizikai Folyóirat*, 28:93, 1980.
- [110] A. Guinier. *X-Ray Diffraction*. W.H. Freeman, New York, 1963.
- [111] A. Guinier and G. Fournet. *Small-Angle Scattering of X-Rays*. Wiley, New York, 1955.

- [112] V. Gerold and G. Kistorz. Small-angle scattering applications to materials science. *J. Appl. Crystallogr.*, 11(OCT):376–404, 1978.
- [113] P. A. Dubey, B. Schonfeld, and G. Kistorz. Shape and internal structure of Guinier-Preston zones in Al-Ag. *Acta Metall. Mater.*, 39(6):1161–1170, JUN 1991.
- [114] G. Kistorz. Phase-separation and defects in crystals studied by small-angle neutron-scattering. *Physica. B&C.*, 120(1-3):387–391, 1983.
- [115] G. Kistorz. Small-angle scattering studies of phase-separation and defects in inorganic materials. *J. Appl. Crystallogr.*, 24:444–456, OCT 1 1991.
- [116] E. Bubeck, V. Gerold, and G. Kistorz. Small-angle neutron-scattering from Guinier-Preston zones in Al-6.8 at-percent Zn single-crystals. *Cryst. Res. Technol.*, 20(1):97–103, 1985.
- [117] D. Tabor. Indentation hardness and its measurement: Some cautionary comments. In Blau and Lawn, editors, *Microindentation Techniques in Materials Science and Engineering*, page 129. ASTM STP 889, 1986.
- [118] Z. Kovács, N. Q. Chinh, and J. Lendvai. Orientation dependence of Portevin-Le Chatelier plastic instabilities in depth-sensing microindentation. *J. Mater. Res.*, 16(4):1171–1177, APR 2001.
- [119] P. Lukáč, J. Balík, and F. Chmelík. Physical aspects of plastic instabilities. *Mater. Sci. Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.*, 234:45–51, AUG 30 1997.
- [120] J. M. Reed and M. E. Walter. Observations of serration characteristics and acoustic emission during serrated flow of an Al-Mg alloy. *Mater. Sci. Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.*, 359(1-2):1–10, OCT 25 2003.
- [121] S. Kumar, H. Weinhandl, and E. Pink. Computer-assisted evaluation of stress and time parameters of serrated flow in mild steel. *Mater. Sci. Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.*, 212(2):213–221, JUL 30 1996.

- [122] F. Springer, A. Nortmann, and C. Schwink. A study of basic processes characterizing dynamic strain ageing. *Phys. Status Solidi A-Appl. Res.*, 170(1):63–81, NOV 1998.
- [123] F. Chmelík, A. Ziegenbein, H. Neuhäuser, and P. Lukáč. Investigating the Portevin-Le Chatelier effect by the acoustic emission and laser extensometry techniques. *Mater. Sci. Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.*, 324(1-2):200–207, FEB 15 2002.
- [124] M. E. Kassner. Taylor hardening in five-power-law creep of metals and class M alloys. *Acta Mater.*, 52(1):1–9, JAN 5 2004.
- [125] U. F. Kocks. Laws for work-hardening and low-temperature creep. *J. Eng. Mater. Technol.-Trans. ASME*, 98(1):76–85, 1976.
- [126] Y. Estrin and H. Mecking. A unified phenomenological description of work-hardening and creep based on one-parameter models. *Acta. Met.*, 32(1):57–70, 1984.
- [127] G. A. Malugin. Dislocation density evolution equation and strain-hardening of fcc crystals. *Phys. Status Solidi A-Appl. Res.*, 119(2):423–436, JUN 16 1990.
- [128] D. A. Hughes. Microstructural evolution in a non-cell forming metal - Al-Mg. *Acta Metall. Mater.*, 41(5):1421–1430, MAY 1993.
- [129] M. Verdier, M. Janecek, Y. Bréchet, and P. Guyot. Microstructural evolution during recovery in Al-2.5%Mg alloys. *Mater. Sci. Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.*, 248(1-2):187–197, JUN 15 1998.
- [130] G. Sha and A. Cerezo. Early-stage precipitation in Al-Zn-Mg-Cu alloy (7050). *Acta Mater.*, 52(15):4503–4516, SEP 6 2004.
- [131] C. Zener. Theory of growth of spherical precipitates from solid solution. *J. Appl. Phys.*, 20:950, 1949.
- [132] J. H. Schneibel. Strengthening of iron aluminides by vacancies and/or nickel. *Mater. Sci. Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.*, 258(1-2):181–186, DEC 31 1998.

Köszönetnyilvánítás

Elsősorban témavezetőmnek, *Dr. Nguyen Quang Chinh*nek szeretném kifejezni köszönetemet, amiért támogatott, segített és ösztönzött kutatásaimban. Megtisztelő volt számomra, hogy egyenrangú partnerének tekintett. Külön köszönet, hogy mellette bepillantást nyerhettem a kutatások mindennapjaiba, a mérések előkészítésétől a kivitelezéseken át a kiértékelésig. Nagyon hálás vagyok a szakmai cikkekben adott segítségeiért, hasznos és továbblendítő észrevételeiért, különösen e dolgozat többszöri átolvasásáért és építő jellegű diszkusszióiért. Nagy örömömről szólt együtt dolgozni vele.

Szeretném kifejezni köszönetemet *Prof. Lendvai János* tanszékvezető úrnak, hogy lehetővé tette számomra a tanszéki munkába való bekapcsolódást. Hálámat szeretném kifejezni cikkeim gondos és alapos áttekintéséért, hasznos észrevételeiért. Külön köszönetemet szeretném kifejezni e dolgozat alapos átolvasásáért és a vele kapcsolatos pozitív visszajelzésekért.

Nagy élmény és tanulság volt számomra együtt dolgozni *Kenesei Péter* doktandusz társammal. Vele való beszélgetéseink sokat formáltak tudományos szemléletemet, és rengeteget segítettek kutatásaim előrehaladásában. Köszönöm *Vörös György*nek az összenyomásokban adott segítségét, *dr. Ungár Tamás*nak támogatását, valamint *Illy Judit*nak az elektronmikroszkópos tanulmányokat.

Köszönöm az ELTE TTK Fizikai Intézete dolgozóinak a barátságos és támogató légkört. Nagyon sokat tanultam tőlük, és hálás vagyok minden tőlük kapott segítségért. Az ott töltött évekre mindig jó emlékekkel fogok visszagondolni.

Külön köszönet jár feleségemnek, családomnak, barátaimnak, hogy mindvégig mellettem álltak, segítettek és biztattak e munka elkészítése során.